

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID
E. T. S. I. DE TELECOMUNICACIÓN



PELÍCULAS DELGADAS DE NITRURO
DE ALUMINIO DEPOSITADAS POR
PULVERIZACIÓN Y SU APLICACIÓN
A DISPOSITIVOS DE ONDAS ACÚSTICAS

Tesis Doctoral

Lucía Vergara Herrero
Ingeniero de Telecomunicación
2005

DEPARTAMENTO DE TECNOLOGÍA ELECTRÓNICA
E. T. S. I. DE TELECOMUNICACIÓN

PELÍCULAS DELGADAS DE NITRURO
DE ALUMINIO DEPOSITADAS POR
PULVERIZACIÓN Y SU APLICACIÓN
A DISPOSITIVOS DE ONDAS ACÚSTICAS

Tesis Doctoral

Autora:

Lucía Vergara Herrero
Ingeniero de Telecomunicación

Director:

Dr. Enrique Iborra Grau
Doctor en Ciencias Físicas

Madrid, noviembre de 2005

Tribunal nombrado por el Mgfco. y Excmo. Sr. Rector de la
Universidad Politécnica de Madrid el día

_____ de _____ de _____

Presidente: _____

Vocal: _____

Vocal: _____

Vocal: _____

Secretario: _____

Realizado el acto de defensa y lectura de la tesis

en _____, el día ____ de _____ de _____

Calificación: _____

EL PRESIDENTE

LOS VOCALES

EL SECRETARIO

*A los Beatles,
Charlie Chaplin,
Roy Orbison,
el Teniente Colombo
y a todos los que hacen
“Cuéntame cómo pasó”.*

AGRADECIMIENTOS

Me gustaría expresar en pocas palabras mi agradecimiento hacia todas las personas que de una manera u otra me han ayudado a lo largo de la realización de esta tesis.

Quiero darle las gracias en primer lugar a mi director de tesis, el Dr. Enrique Iborra Grau, por su inestimable ayuda a lo largo de estos años, por su gran aportación al trabajo desarrollado en esta tesis, por haber estado disponible para ayudarme siempre que se lo he pedido y cuando no se lo he pedido también, y por haberse esforzado en enseñarme en qué consiste la investigación, predicando con el ejemplo en todo momento. Espero que se me haya pegado algo.

También quiero agradecerle a la Dra. Marta Clement Lorenzo su ayuda con los aspectos tecnológicos y la caracterización piezoeléctrica de los dispositivos utilizados en este trabajo, así como la gran cantidad de consejos de toda índole que me ha dado hasta cuando le he preguntado las cosas más peregrinas.

Al Dr. Alfredo Sanz Hervás, por las medidas de difracción de rayos X, por su corrección del resumen en inglés y por los ratos tan entretenidos –menos de los que me habría gustado– que me ha hecho pasar enseñándome su colección de instrumentos musicales.

Le agradezco al Dr. Jesús Sangrador García el que haya realizado las medidas de SEM, que me haya prestado su ayuda en todo momento y que sea capaz de arreglar todo lo que se le ponga por delante.

Gracias a la Dra. Jimena Olivares Roza por haber leído y corregido el borrador de esta memoria, por todo lo que me ha enseñado, por esa chaquetilla que siempre ha tenido a mano para que yo pudiera poner el aire acondicionado y, en general, por aguantarme.

Al Dr. Javier García López y a Yolanda Morilla García, del Centro Nacional de Aceleradores de Sevilla, por haber realizado las medidas de RBS, NRA y PIGE.

Al Dr. Arturo Ponce Pedraza, del Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica y Química Inorgánica de la Universidad de Cádiz, por las medidas de TEM y las discusiones sobre ellas.

Al Dr. José de Frutos Vaquerizo, el segoviano *abertzale* del Departamento de Física Aplicada a las Tecnologías de la Información de la E. T. S. I. T., por las medidas de AFM que ha llevado a cabo de forma tan desinteresada.

Al Dr. Germán González Díaz, del Centro de Apoyo a la Investigación de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Complutense de Madrid, por los tratamientos térmicos que ha realizado.

A mi gran amigo K. C. Shashidhar, del Interuniversitair Mikro-Elektronica Centrum de Lovaina, que me ha proporcionado gran parte de los artículos que he tenido que consultar para poder hacer esta tesis.

A Sheila González, Vladana Djordjevic y Andrijana Kuhar por su simpatía. Y a Sheila también por el entusiasmo con el que se ha leído la memoria de la tesis para hacerme sugerencias.

Por último, les doy las gracias a todas aquellas personas que, aunque no hayan tenido que ver directamente con el trabajo realizado para esta tesis, han hecho que me sintiera a gusto entre ellos durante estos años. Además de todos los miembros del Departamento de Tecnología Electrónica, que tan amables han sido conmigo, me gustaría mencionar a Mariví madre, Antonio, Ángel, a quien todavía se me hace raro no encontrarme casi todos los días, a todos esos amigos que siempre han estado disponibles en algún lugar de la Escuela para charlar un rato (Mari Carmen, Maikel, Blen, M^a José, David, Isabel...). Además, como hay vida más allá de la Escuela, doy las gracias a mi familia y a mis amigos, que tanto me han animado todo este tiempo.

Y a Enrique, Marta, Jimena, Sangra, Fredi y Sheila, gracias por *todo*.

ÍNDICE

RESUMEN.....	i
ABSTRACT.....	iii
PREÁMBULO	1
1. INTRODUCCIÓN	7
1.1. Material.....	11
1.1.1. Estructura cristalina del nitruro de aluminio.....	12
1.1.2. Piezoelectricidad	13
1.2. Aplicaciones electroacústicas	16
1.2.1. Dispositivos de onda acústica en superficie	17
1.2.2. Tipos de dispositivos SAW	19
1.2.3. Propagación de las ondas acústicas en superficie.....	20
1.2.4. Modelos para simular dispositivos SAW	24
2. TECNOLOGÍAS DE FABRICACIÓN	37
2.1. Depósito de materiales por pulverización.....	39
2.2. Depósito de nitruro de aluminio.....	43
2.3. Fabricación de dispositivos	50
3. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL	57
3.1. Difracción de rayos X	59
3.1.1. Fenómenos de difracción	59
3.1.2. Difracción en condiciones no ideales	62
3.1.3. Ajuste de los picos de difracción de rayos X	64
3.1.4. Diagrama de difracción de rayos X del nitruro de aluminio hexagonal	67
3.1.5. Medidas experimentales.....	68
3.2. Espectrofotometría de infrarrojos por transformada de Fourier	72
3.2.1. Técnica de medida	73
3.2.2. Medidas experimentales.....	77
3.2.2.1. Tratamiento de los datos experimentales de transmisión.....	78
3.2.2.2. Tratamiento de los datos experimentales de reflexión	82

3.3. Medida del estrés biaxial	85
3.3.1. Estrés en una película	85
3.3.2. Perfilometría	86
3.3.3. Medidas experimentales.....	87
3.4. Espectrometría de iones retrodispersados de Rutherford	89
3.4.1. Fenómenos de retrodispersión.....	89
3.4.2. Medidas experimentales.....	92
3.5. Técnicas de caracterización adicionales	95
3.5.1. Microscopía electrónica de transmisión	95
3.5.2. Microscopía de fuerzas atómicas	96
3.5.3. Microscopía electrónica de barrido.....	97
3.6. Obtención de las propiedades piezoeléctricas del material	98
3.6.1. Métodos para la obtención de k^2	98
3.6.2. Medida de los parámetros S de los filtros	99
4. PROPIEDADES DEL MATERIAL.....	103
4.1. Influencia de las condiciones de depósito en las propiedades cristalinas del material	105
4.1.1. Control de los mecanismos de depósito.....	105
4.1.1.1. Efectos de la presión	109
4.1.1.2. Efectos de la composición del gas de la descarga	110
4.1.2. Orientación de las películas	113
4.1.3. Calidad cristalina	120
4.1.4. Estrés residual.....	124
4.1.5. Caracterización estructural del material mediante espectroscopía de infrarrojos	129
4.2. Respuesta piezoeléctrica del material.....	137
4.2.1. Influencia de la orientación de las películas en su coeficiente de acoplo electromecánico	138
4.2.2. Influencia de la calidad cristalina de las películas en su respuesta piezoeléctrica.....	142
4.3. Influencia de las impurezas en las propiedades del material	148
4.3.1. Influencia de las condiciones de depósito del nitruro de aluminio en la incorporación de impurezas a las muestras	149
4.3.2. Relación entre las impurezas y las propiedades de las películas	152
4.3.2.1. Propiedades cristalinas.....	153

4.3.2.2. Propiedades piezoeléctricas	157
4.4. Tratamientos térmicos	159
4.5. AIN sobre metales	165
4.6. Resumen de los resultados más relevantes.....	178
5. DISPOSITIVOS SAW	181
5.1. Modelado de los filtros SAW	184
5.1.1. Desarrollo del modelo.....	184
5.1.2. Análisis de las simulaciones obtenidas	194
5.2. Implementación de los dispositivos SAW.....	198
5.2.1. Influencia del tipo de sustrato.....	199
5.2.2. Relación entre los parámetros tecnológicos y los elementos parásitos	201
6. CONCLUSIONES	213
7. BIBLIOGRAFÍA.....	219

RESUMEN

Esta tesis trata de la adquisición de la tecnología de fabricación de capas delgadas policristalinas de nitruro de aluminio (AlN) con propiedades piezoeléctricas adecuadas para la fabricación de dispositivos de ondas acústicas de superficie (SAW) con aplicaciones en electrónica de radiofrecuencia. La técnica que se ha empleado para el depósito de las películas de nitruro de aluminio es la pulverización reactiva de radiofrecuencia; se trata de una técnica muy versátil y de uso común en tecnología electrónica que permite obtener láminas de buena calidad a temperaturas de depósito bajas. El material depositado se ha caracterizado mediante la determinación de su composición, su estructura cristalina y sus propiedades piezoeléctricas. Se han relacionado estas características con los mecanismos del proceso de depósito, analizándolas en función de las variables accesibles de dicho proceso. Se han establecido, además, las condiciones óptimas para el depósito de láminas de nitruro de aluminio sobre sustratos de silicio y silicio oxidado, compatibles con las tecnologías habituales de fabricación de circuitos integrados. Se ha comprobado la validez del material crecido diseñando y fabricando dispositivos de ondas acústicas de superficie basados en él, en concreto filtros paso banda que trabajan a diversas frecuencias. Estos filtros se han caracterizado y modelado con objeto de optimizar su respuesta.

ABSTRACT

This thesis deals with the acquisition of the technology of fabrication of polycrystalline aluminium nitride (AlN) thin films with piezoelectric properties suitable for the fabrication of surface acoustic wave (SAW) devices with application in radiofrequency electronics. The aluminium nitride films have been deposited by radiofrequency reactive sputtering; it is a very versatile technique commonly used in electronic technology that allows to obtain good-quality films at low deposition temperatures. The deposited material has been characterized by determining its composition, crystalline structure and piezoelectric properties. These characteristics have been related to the mechanisms of the deposition process, analysing them as a function of its accessible parameters. Besides, I have established the optimum conditions for the deposition of aluminium nitride films on silicon and oxidized silicon substrates, so that they are compatible with conventional technologies for the fabrication of integrated circuits. The grown material has been validated by designing and fabricating surface acoustic wave devices based on it, specifically band-pass filters working at different frequencies. These filters have been characterized and modelled to optimise their response.

PREÁMBULO

En los últimos tiempos la demanda de sistemas de comunicación inalámbrica ha experimentado un enorme incremento. La telefonía móvil, con sus distintas variantes y bandas de operación, las redes digitales inalámbricas, las comunicaciones vía satélite, etc., son ejemplos claros de la diversidad y el volumen de utilización de las comunicaciones de radiofrecuencia.

Cada vez más se requieren sistemas de emisión-recepción de carácter personal (alta portabilidad), con muy altas prestaciones (alta canalización, múltiples bandas de operación) y con costes y consumos de energía cada vez menores. La obtención de estas prestaciones tan exigentes se consigue con una tecnología de control, tanto hardware (microprocesadores) como software (diseño de aplicaciones) cada vez más sofisticada. Sin embargo, el control analógico de las frecuencias de emisión y recepción es actualmente un aspecto clave en el desarrollo de los sistemas. La generación y selección de frecuencias se basa hoy en día en el uso de dispositivos electroacústicos, tanto de ondas acústicas de superficie (SAW) como de volumen (BAW). Tradicionalmente este tipo de dispositivos se ha fabricado sobre materiales piezoeléctricos monocristalinos (cuarzo o niobato de litio), lo cual es incompatible con su posible integración en sistemas en un único chip (SoC).

La miniaturización de los equipos y el abaratamiento de sus costes de producción son requisitos imprescindibles para poder cubrir la demanda existente actualmente. Ambos requieren la integración de los componentes pasivos en los mismos sustratos sobre los que se encuentra la electrónica (amplificadores de radiofrecuencia, microprocesadores de control, etc.). Ya se han integrado con éxito algunos elementos pasivos (como bobinas o condensadores) junto a amplificadores de radiofrecuencia en tecnologías de silicio y silicio-germanio. El reto actual en los sistemas de comunicaciones inalámbricas consiste en integrar de forma eficiente los sistemas de filtrado basados en dispositivos SAW y BAW. Ya se han abordado algunos sistemas multichip integrando en el encapsulado diferentes chips con funcionalidades diversas, entre los que es posible encontrar algunos elementos electroacústicos tradicionales. Sin embargo, el éxito ha sido siempre relativo debido al alto coste de producción resultante. La integración directa del sistema en un solo chip es, sin duda, la alternativa más eficaz. Para lograr esta integración en el caso de las estructuras electroacústicas, lo primero que se ha de conseguir es crecer materiales piezoeléctricos en forma de película delgada sobre los que se puedan construir dispositivos electroacústicos con buenas prestaciones y, además, compatibles con los

sustratos sobre los que se integren. Entre los materiales que se estudian con esta finalidad destacan el óxido de zinc (ZnO) y el nitruro de aluminio (AlN). Este último, debido a sus propiedades piezoeléctricas y elásticas, parece ser el más adecuado para su integración en tecnologías de alta frecuencia de silicio y silicio-germanio.

Las técnicas de depósito que permiten obtener nitruro de aluminio son muy diversas. Entre ellas se encuentran algunas técnicas que proporcionan material policristalino epitaxial, como la epitaxia por haces moleculares (MBE) o el depósito químico de metalorgánicos en fase de vapor (MOCVD). Sin embargo, estas técnicas presentan el inconveniente de utilizar temperaturas de crecimiento demasiado altas, lo cual impide su integración dentro de las tecnologías convencionales de circuitos de radiofrecuencia. Otras técnicas, como el depósito por láser pulsado, no pueden utilizarse en sustratos de gran área como los que se usan en dichas tecnologías (obleas de silicio de 200 e incluso 300 mm de diámetro). Por último, otra de las técnicas utilizadas es la pulverización en diferentes modalidades, que proporciona material de buena calidad y que a la vez es un proceso tecnológico compatible con las tecnologías convencionales de microelectrónica. A pesar de que la pulverización del nitruro de aluminio se encuentra ya en pre-producción todavía quedan muchos aspectos del proceso y del material que deben ser estudiados para optimizar su uso.

En este panorama es donde se enmarca la presente tesis, que se centra en el estudio de las propiedades del nitruro de aluminio en forma de película delgada policristalina depositado por pulverización reactiva de radiofrecuencia sobre sustratos de silicio y silicio oxidado. Se ha estudiado de forma sistemática la influencia de los mecanismos del proceso de depósito sobre las propiedades estructurales y las piezoeléctricas del material. Además se han desarrollado técnicas de análisis que permiten estudiar la estructura cristalina y relacionarla con la respuesta piezoeléctrica. Estas técnicas son la difracción de rayos X, la espectrofotometría de infrarrojos por transformada de Fourier (tanto en la modalidad de transmisión como en la de reflexión) y la perfilometría (para obtener el estrés mecánico biaxial). Para conocer algunas otras propiedades se han utilizado adicionalmente otras técnicas de forma más puntual, como las técnicas de análisis de iones de alta energía para determinar la composición y el contenido de impurezas en las muestras, la microscopía electrónica de transmisión (TEM), la microscopía de fuerzas atómicas (AFM), etc. Con el doble objeto de analizar las propiedades piezoeléctricas del material y demostrar su utilidad en la fabricación de dispositivos electroacústicos usando silicio como sustrato, se han

fabricado estructuras de ondas acústicas de superficie (SAW) de diversas geometrías y frecuencias de funcionamiento. Para poder estimar de forma exacta las propiedades piezoeléctricas del nitruro de aluminio se han desarrollado modelos de análisis de la respuesta de los dispositivos fabricados. También se ha estudiado de forma extensa la influencia del carácter conductivo de los sustratos de silicio sobre la respuesta de los filtros SAW para optimizar el diseño de los dispositivos.

Todos estos estudios han permitido además comenzar nuevas líneas de investigación en el grupo de trabajo en cuyo seno se han desarrollado en las que se pretende desarrollar dispositivos BAW y actuadores y resonadores mecánicos con actuación piezoeléctrica usando nitruro de aluminio.

1. INTRODUCCIÓN

Los dispositivos de ondas acústicas basados en materiales piezoeléctricos se han estado utilizando desde hace más de sesenta años [Drafts01]. Debido a su versatilidad, dichos dispositivos se utilizan en gran cantidad de aplicaciones, como líneas de retardo, osciladores, resonadores, sensores, actuadores, etc.; su principal usuario es la industria de las telecomunicaciones, que consume aproximadamente tres mil millones de filtros de ondas acústicas anualmente. Normalmente estos dispositivos son filtros de onda acústica en superficie (SAW) que actúan como filtros paso banda tanto en las secciones de radiofrecuencia como en las de frecuencia intermedia de la electrónica de los equipos de transmisión y recepción. Sin embargo, en los últimos años han aparecido nuevas aplicaciones de los dispositivos de ondas acústicas que pueden llegar a igualar la demanda del mercado de las telecomunicaciones, como por ejemplo la industria de automoción (sensores del par motor o de la presión de los neumáticos), las aplicaciones médicas (biosensores) o aplicaciones comerciales o industriales (sensores de gases, de humedad, de temperatura o de masa). Los sensores de ondas acústicas tienen precios competitivos, son resistentes, muy sensibles e inherentemente fiables.

Durante mucho tiempo los materiales más comúnmente utilizados en la tecnología de fabricación estándar de dispositivos de ondas acústicas han sido monocristales de cuarzo (SiO_2) [Jakoby00], tantalato de litio (LiTaO_3) [Martin04] o niobato de litio (LiNbO_3) [Tang03]. Cada uno de estos materiales tiene distintas ventajas y desventajas dependiendo de factores como por ejemplo el coste, la dependencia con la temperatura, la atenuación o la velocidad de propagación. Actualmente hay nuevos materiales que están cobrando interés en este tipo de aplicaciones, como el nitruro de galio (GaN) [Chalker99], el arseniuro de galio (GaAs) [Enderlein97], la langasita (LGS) [Thiele03], el óxido de zinc (ZnO) [Ieki99, Kalantar-Zadeh02b], el titanato-circonato de plomo (PZT) [Schreiter04] o el nitruro de aluminio (AlN) [Liaw93].

Las propiedades piezoeléctricas del nitruro de aluminio lo convierten en un material muy adecuado para la fabricación de dispositivos electroacústicos como filtros de onda acústica en superficie (SAW) y en volumen (BAW), líneas de retardo, osciladores, resonadores, etc. La velocidad de propagación de las ondas SAW en las películas epitaxiales de nitruro de aluminio es muy elevada (casi el doble que en el caso del cuarzo); este tipo de material tiene un coeficiente de variación de la velocidad

de propagación de las ondas SAW con la temperatura muy bajo y un valor del coeficiente de acoplo electromecánico razonablemente alto [Liu75].

Hasta la fecha no ha sido posible crecer capas puramente epitaxiales (monocristalinas) de nitruro de aluminio. Existen diferentes técnicas de depósito que permiten obtener películas policristalinas de nitruro de aluminio con características epitaxiales, como por ejemplo el depósito químico en fase de vapor asistido por plasma (PECVD) [Soh96, Takagaki03], de metalorgánicos (MOCVD) [Saxler94, Shibata00, Tanaka00, Yasui00, Lee03], CVD por jet de plasma en continua [Zhang01a], o la epitaxia por haces moleculares (MBE) [Järrendahl98, Kipshidze99, Holtz00, Hong02, Luo02]. Sin embargo, estas técnicas, además de requerir equipos muy caros en algunos casos, suponen el uso de costosos sustratos cristalinos y altas temperaturas que no son compatibles con las tecnologías del silicio que se utilizan actualmente en la fabricación de dispositivos ni con el crecimiento del material sobre electrodos metálicos. No obstante, existen otras técnicas que permiten obtener material en forma de película delgada policristalina (con una cierta dispersión en la alineación de sus cristales) con buenas propiedades piezoeléctricas a pesar de no ser epitaxial.

La pulverización reactiva o *sputtering*, en la que los iones generados en una descarga arrancan átomos de la superficie de un blanco, es una técnica de depósito que permite obtener un material policristalino no epitaxial con propiedades piezoeléctricas muy similares a las de las películas epitaxiales trabajando a bajas temperaturas [Einspruch84]. Por este motivo en los últimos tiempos se han dedicado numerosos estudios a esta técnica de depósito en sus distintas modalidades:

- Tensión continua (DC): [Naik99, Assouar02, Lin03].
- Tensión continua pulsada: [Dubois01, Jakkaraju03].
- Resonancia electrón ciclotrón (ECR): [Tanaka94].
- Radiofrecuencia (RF): [Aita82, Okano92, Ogawa97, Jagannadham98, Engelmark00, Kao01, Cheng03a].

La técnica de depósito elegida para llevar a cabo la realización de esta tesis es la pulverización reactiva de radiofrecuencia, ya que es una técnica sencilla, versátil y adecuada para depositar nitruro de aluminio policristalino con buenas propiedades cristalinas y piezoeléctricas que lo hacen apropiado para su uso en dispositivos de ondas acústicas.

Puesto que el objetivo de esta tesis es estudiar las propiedades del nitruro de aluminio piezoeléctrico para su aplicación en dispositivos de onda acústica se ha considerado interesante hacer una revisión teórica de conceptos relacionados tanto con la estructura del material y la piezoelectricidad como con el funcionamiento y la simulación de filtros de ondas acústicas en superficie. Dicha introducción teórica se expone a continuación.

1.1. MATERIAL

El nitruro de aluminio es el material de banda más ancha ($E_g = 6.2$ eV a temperatura ambiente) que es considerado un semiconductor del grupo III-V [Vurghaftman01]. Como ya se ha mencionado, dicho material ha despertado gran interés en los últimos tiempos debido a que sus propiedades específicas son muy apropiadas para una gran variedad de aplicaciones. La siguiente tabla muestra un resumen de algunas de las propiedades del nitruro de aluminio [Tsubouchi81, Carlotti97, Dubois99b, Harima02, Iriarte03]:

Tabla 1.1. Propiedades del nitruro de aluminio hexagonal.

Propiedad	Valor
Densidad	3.3 g/cm^3
Constantes de red	$a = 3.1117 \text{ \AA}$, $c = 4.9792 \text{ \AA}$
Coeficiente de expansión térmica	$\Delta a/a = 4.2 \cdot 10^{-6} / \text{K}$, $\Delta c/c = 5.3 \cdot 10^{-6} / \text{K}$
Conductividad térmica teórica	$3.2 \text{ W/cm}\cdot\text{K}$
Conductividad térmica	$2.0 \text{ W/cm}\cdot\text{K}$
Coeficiente de dilatación térmica	$4.6 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$
Potencial de deformación	9.5 eV
Índice de refracción	2.15 (a 3 eV)
Constante elástica (módulo de Young)	$c_{11} = 345 \text{ GPa}$, $c_{33} = 411 \text{ GPa}$
Constante dieléctrica relativa	$\epsilon_\infty = 4.77$ $\epsilon_0 = 8.5$
Punto de fusión	$> 2.000^\circ\text{C}$
Campo de ruptura	$6 - 15 \text{ MV/cm}$
Masa efectiva del electrón	$0.48 \cdot m_0$
Velocidad de saturación electrónica	$1.4 \cdot 10^7 \text{ cm/s}$

1.1.1. ESTRUCTURA CRISTALINA DEL NITRURO DE ALUMINIO

El nitruro de aluminio cristaliza en el sistema hexagonal, con una estructura de tipo *wurtzita* (caracterizada por sus constantes de red a y c); cada átomo de aluminio está ligado a cuatro átomos de nitrógeno y viceversa, formando un tetraedro distorsionado con tres enlaces $\text{Al-N}_{(i)}$ ($i = 1,2,3$) separados 120° y situados en un plano perpendicular al enlace $\text{Al-N}_{(0)}$ en la dirección del eje c [Ikeda96]. La diferencia de electronegatividad entre los átomos de nitrógeno y los átomos de aluminio es la razón de que la celda unidad presente un momento dipolar permanente no nulo y de que se deforme al serle aplicado un campo eléctrico, haciendo del nitruro de aluminio un material piezoeléctrico no ferroeléctrico. La figura 1.1 muestra la red cristalina del AlN , en la que están indicados los diferentes planos.

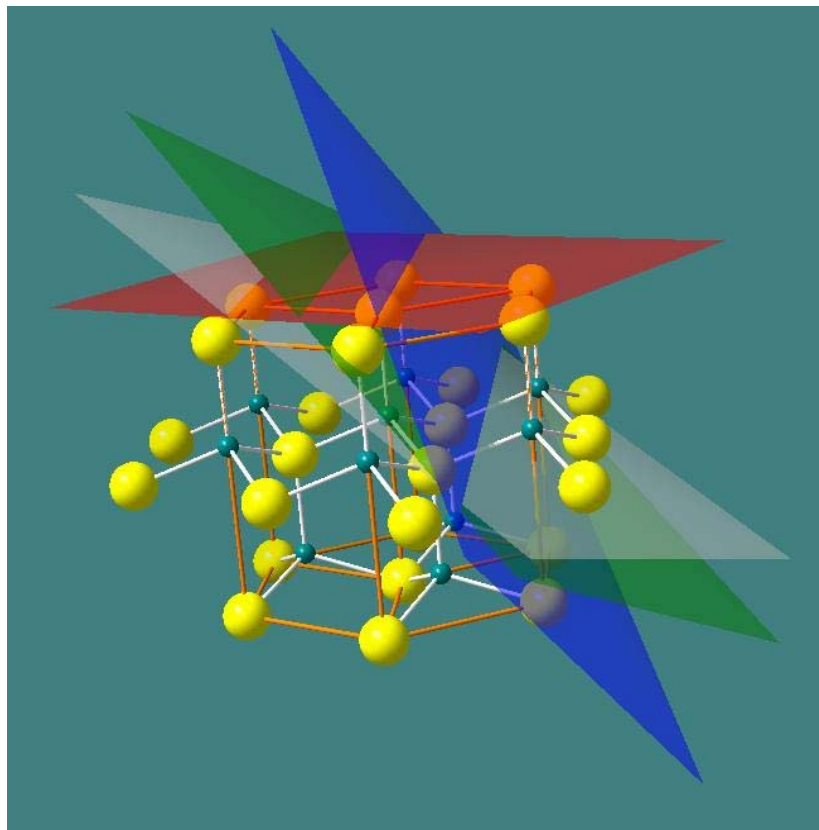


Figura 1.1. Red cristalina del nitruro de aluminio. El plano (00.2) se representa en rojo, el (10.1) en azul, el (10.2) en verde y el (10.3) en gris. Los átomos amarillos son átomos de aluminio, y los verdes de nitrógeno.

1.1.2. PIEZOELECTRICIDAD

La piezoelectricidad consiste en la generación de un campo eléctrico en un material al serle aplicada una tensión mecánica que modifique su forma (efecto directo), o también en el cambio en la forma del material al aplicársele un cierto campo eléctrico (efecto inverso). Por lo tanto, es un mecanismo de conversión de energía mecánica en eléctrica y viceversa.

Los materiales dieléctricos tienen carácter piezoeléctrico sólo cuando presentan una estructura cristalina anisótropa y un momento dipolar permanente; en este caso, la aplicación de un campo eléctrico genera tensiones internas que a su vez dan lugar a la deformación del material. Por lo tanto, para caracterizar un material piezoeléctrico no basta con describir sus comportamientos mecánico (a través de la matriz de coeficientes elásticos) y eléctrico (a través de la matriz de permitividades), sino que también hay que definir una matriz de coeficientes piezoeléctricos para describir el acoplo electromecánico [Nye67]. El número de coeficientes de la matriz depende de la simetría macroscópica de la estructura cristalina del material, ya que la combinación de ejes y planos de simetría del cristal determina qué componentes de la tensión mecánica y de la polarización eléctrica pueden quedar relacionados piezoeléctricamente.

La fuerza mecánica aplicada a un sólido viene definida por las componentes del estrés T_{ij} , y está relacionada con la deformación S_{kl} sufrida por dicho sólido según la ley de Hooke, dada por la ecuación tensorial

$$T_{ij} = c_{ijkl} \cdot S_{kl} \quad (1.1)$$

donde c_{ijkl} es la constante elástica del material. Por motivos de simetría, la ecuación anterior puede reducirse a una ecuación matricial en la que la constante elástica viene dada por una matriz de 6×6 elementos. Dependiendo de la simetría del cristal, esta matriz puede reducirse a otra con un menor número de coeficientes independientes. Normalmente se habla de siete sistemas cristalinos (o de ocho, si se tienen en cuenta los medios isótropos) [Rosenbaum88]; cada uno de ellos representa una simetría general que puede dividirse a su vez en distintos grupos. Los sistemas relevantes en cuestiones piezoeléctricas son los sistemas cúbico, ortorrómbico, tetragonal, trigonal y

hexagonal. Como ya se ha mencionado, el nitruro de aluminio cristaliza en el sistema hexagonal, con simetría alrededor del eje c . Para este sistema cristalino la constante elástica viene dada por una matriz que se reduce a

$$c = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66} \end{bmatrix} \quad (1.2)$$

donde $c_{66} = (c_{11} - c_{12}) / 2$.

Sin embargo, en el caso de los materiales piezoeléctricos es necesario añadir un término nuevo a la ecuación (1.1), debido al fenómeno ya comentado de la aparición de una deformación mecánica al aplicar un campo eléctrico, y viceversa. En este caso la ecuación que da el estrés que sufre el material es

$$T_{ij} = c_{ijkl}^E \cdot S_{kl} + e_{nij} \cdot E_n \quad (1.3)$$

donde e_{nij} es la constante piezoeléctrica, en N/m^2 , E_n es la n -ésima componente del campo eléctrico y c_{ijkl}^E se mide para un campo eléctrico nulo o constante.

Por otro lado, en los materiales que no son piezoeléctricos, el desplazamiento eléctrico está relacionado con el campo eléctrico aplicado según

$$D = \varepsilon_r \cdot \varepsilon_0 \cdot E \quad (1.4)$$

En esta ecuación ε_r y ε_0 son la constante dieléctrica y la permitividad del vacío, respectivamente. Para los materiales piezoeléctricos esta ecuación se transforma en

$$D_m = e_{mkl} \cdot S_{kl} + \varepsilon_{mn}^S \cdot E_n \quad (1.5)$$

donde ε_{mn}^S se mide en el caso de deformación constante o nula.

A menudo se llama a las ecuaciones (1.3) y (1.5) ecuaciones piezoeléctricas constitutivas; en forma matricial estas ecuaciones son:

$$[T] = [c] \cdot [S] - [e^t] \cdot E \quad (1.6)$$

$$D = [e] \cdot [S] + [\varepsilon] \cdot E \quad (1.7)$$

El coeficiente de acoplo electromecánico k^2 del material, que se define para una dirección dada, da la relación entre la energía eléctrica que se le suministra al material y la energía mecánica que éste proporciona, y viceversa, y puede expresarse en función del coeficiente piezoeléctrico e , la constante elástica c y la permitividad dieléctrica ε [Campbell98] según:

$$k_{33}^2 = \frac{e_{33}^2}{c_{33} \cdot \varepsilon_{33}} \quad k_{31}^2 = \frac{e_{31}^2}{c_{31} \cdot \varepsilon_{33}} \quad (1.8)$$

Generalmente se evalúa la respuesta piezoeléctrica de un material a través de la medida de sus coeficientes k_{33}^2 o k_{31}^2 , que son las componentes del coeficiente de acoplo electromecánico en las direcciones longitudinal y transversal, respectivamente, al eje c del material. A partir de la medida de dichos coeficientes se pueden obtener también los coeficientes piezoeléctricos d_{33} y d_{31} del material a través de las siguientes relaciones:

$$d_{33} = \frac{e_{33}}{c_{33}} \quad d_{31} = \frac{e_{31}}{c_{11}} \quad (1.9)$$

$$k_{33}^2 = \frac{d_{33}^2 \cdot c_{33}}{\varepsilon_{33}} \quad k_{31}^2 = \frac{d_{31}^2 \cdot c_{11}}{\varepsilon_{33}} \quad (1.10)$$

En estas expresiones $\varepsilon_{33} = 9'5 \cdot 10^{11}$ F/m es la constante dieléctrica en la dirección del eje c , y las componentes de la constante elástica paralela (c_{33}) y perpendicular (c_{11}) a dicho eje toman los valores de $4'11 \cdot 10^{11}$ Pa y $3'45 \cdot 10^{11}$ Pa, como ya se indicó en la tabla 1.I.

1.2. APLICACIONES ELECTROACÚSTICAS

Como ya se ha mencionado, los materiales piezoeléctricos se polarizan eléctricamente al ser sometidos a una deformación. El desplazamiento de los átomos produce la aparición de dipolos eléctricos microscópicos que en ciertas estructuras cristalinas se combinan, originando un momento macroscópico medio, la polarización eléctrica. Esto, conocido como el efecto piezoeléctrico directo, va siempre acompañado del efecto inverso, de forma que un material piezoeléctrico se deforma al aplicársele un campo eléctrico.

Al mismo tiempo que tiene lugar esta deformación aparecen fuerzas dentro del material que tienden a devolverlo a su estado de equilibrio. Cuando la deformación varía con el tiempo el movimiento de cada átomo está fijado por estas fuerzas y por efectos inerciales [Morgan85], lo cual origina un movimiento ondulatorio que se propaga con cada uno de los átomos oscilando alrededor de su posición de equilibrio. En la mayoría de los materiales las fuerzas que aparecen son proporcionales a la deformación sufrida, suponiendo que ésta es pequeña; en este caso el material se denomina elástico, y la onda que se propaga es una onda elástica, también llamada onda acústica. De esta forma es posible generar ondas acústicas en el volumen de un material piezoeléctrico a través de la aplicación de un campo eléctrico.

El tipo más sencillo de onda que puede propagarse en un medio homogéneo infinito es una onda plana, en la que todos los átomos de un mismo plano normal a la dirección de propagación de la onda tienen el mismo movimiento. Existen dos tipos de ondas planas: las longitudinales, en las que los átomos vibran en la dirección de propagación, y las transversales, en las que los átomos vibran en el plano perpendicular a la dirección de propagación. En general, las ondas acústicas que se propagan por un material son una combinación de ambos tipos de onda, pero en medios cristalinos elásticos y anisótropos los modos básicos pueden ser transversales o longitudinales puros [Kino87]. Cuando el medio de propagación no es infinito aparecen condiciones de frontera que pueden modificar sustancialmente el comportamiento de las ondas. El caso más importante es el de las ondas acústicas de superficie (SAW, *surface acoustic wave*), también llamadas ondas Rayleigh, que se transmiten por la superficie del material, y cuya amplitud disminuye exponencialmente con la profundidad desde la superficie. En los últimos años se han descubierto y empezado a utilizar otro tipo de ondas similares, llamadas pseudo-SAW, debido al

descubrimiento de nuevos sustratos piezoeléctricos. No obstante, a menudo se incluyen dichas ondas bajo la denominación de ondas acústicas de superficie.

1.2.1. DISPOSITIVOS DE ONDA ACÚSTICA EN SUPERFICIE

El procesamiento electrónico de señales utilizando ondas acústicas en superficie u ondas Rayleigh tiene su punto de partida en 1965 con la invención del transductor interdigitado (IDT), que consiste en una serie de peines que se van alternando con otros de polaridad opuesta [Parzen83]. Un IDT metálico colocado sobre la superficie de un material piezoeléctrico puede actuar como puerto de entrada o salida de la señal eléctrica [Campbell98]. Al aplicar una señal alterna al IDT de entrada se puede excitar una onda acústica de superficie que se propagará y será detectada por el IDT de salida, que a su vez la transformará en una señal eléctrica. Por lo tanto, la estructura básica de un dispositivo de onda acústica en superficie es la que se muestra en la siguiente figura:

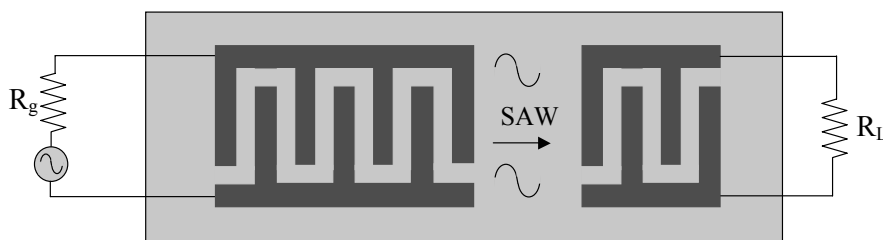


Figura 1.2. Esquema de un dispositivo SAW básico.

Estas conversiones de energía requieren que el sustrato debajo de los IDTs sea elástico y piezoeléctrico para que se pueda excitar la onda acústica; no obstante, la superficie del sustrato que no queda bajo los IDTs, por la que simplemente se propaga la onda, no tiene por qué tener carácter piezoeléctrico, sino sólo elástico.

Cada uno de los electrodos consta de una serie de peines paralelos conectados de forma periódica a dos líneas de unión. La simetría en la geometría de los peines permite considerar que la excitación de la onda acústica tiene lugar en el centro del electrodo; aunque la onda debida a cada uno de los periodos del IDT puede ser débil, todas las ondas debidas a todos los periodos se sumarán entre sí de forma constructiva siempre que el periodo de frecuencia espacial p_1 de los IDTs corresponda

a un múltiplo entero de la longitud de onda SAW. La frecuencia correspondiente a dicha longitud de onda es la frecuencia central del IDT f_0 , para la cual la eficiencia de conversión entre energía eléctrica y mecánica (o viceversa) del transductor es máxima [Morgan85, Campbell98]:

$$f_0 = \frac{v_s}{\lambda_s} \quad (1.11)$$

La función de transferencia de un filtro SAW, $H(f)$, viene dada por

$$H(f) = \frac{V_{out}}{V_{in}} = H_1(f) \cdot H_2^*(f) \cdot e^{-j \cdot \beta \cdot x(f)} \quad (1.12)$$

donde $H_1(f)$ y $H_2(f)$ son las respuestas de los IDTs de entrada y salida, respectivamente, y el término exponencial da el retardo de fase entre ambos IDTs (siendo $\beta=2 \cdot \pi/\lambda_s$ la constante de fase y $x(f)$ la separación entre las partes de los electrodos de entrada y salida que son excitadas para la frecuencia f) [Campbell98].

La siguiente figura muestra dos ejemplos de IDTs con distintas configuraciones:

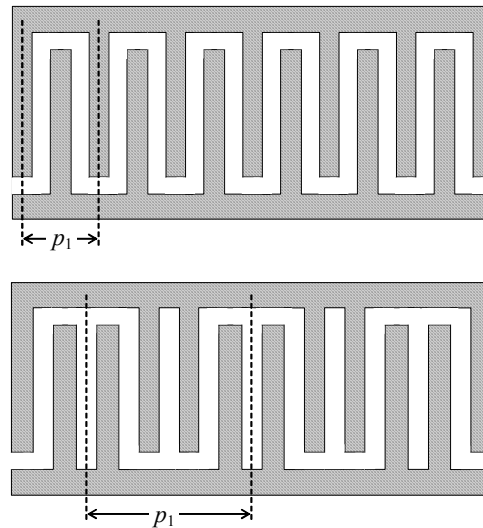


Figura 1.3. Distintos tipos de IDTs.

Ambos tipos de IDTs tienen un periodo espacial p_1 : en el primer caso (electrodo simple) cada periodo consta de dos peines, mientras que en el segundo (electrodo

doble) consta de cuatro peines [Hashimoto00]. El electrodo simple se utiliza frecuentemente, debido a su simplicidad y su ancho de línea relativamente grande, que equivale a la cuarta parte de la longitud de onda ($\lambda_s / 4$).

1.2.2. TIPOS DE DISPOSITIVOS SAW

En comparación con otras tecnologías existentes a mediados de los años ochenta los dispositivos de onda acústica en superficie mostraban un gran número de ventajas. Algunas de ellas siguen siéndolo hoy en día [Campbell98]:

- Pueden proporcionar funciones complejas de tratamiento de la señal en un solo sustrato con los IDTs depositados sobre él.
- Se pueden producir en grandes cantidades utilizando técnicas compatibles con la tecnología de semiconductores.
- Gozan de una gran reproducibilidad de un dispositivo a otro, lo cual es especialmente importante en la fabricación de filtros de radiofrecuencia para teléfonos móviles, resonadores de banda estrecha, para receptores canalizados para análisis espectrales o cualquier otro sistema que requiera un filtrado preciso.
- Se pueden fabricar filtros SAW que trabajen con armónicos, hasta en la banda de 2 GHz.

El uso de otro tipo de ondas que no son estrictamente ondas Rayleigh (llamadas ondas pseudo-SAW), que se describirán en el apartado 1.2.3, tiene otra serie de ventajas añadidas, como son:

- Se alcanzan velocidades muy superiores a las que se pueden obtener con ondas SAW, hasta el punto de que la frecuencia de trabajo puede llegar a ser unas 1'6 veces superior que para un filtro de tipo Rayleigh equivalente.
- La eficiencia del acoplo electromecánico es mucho mayor que en el caso de las ondas SAW.
- Puesto que algunos de los tipos de ondas pseudo-SAW se propagan en el volumen del material, los dispositivos son mucho menos sensibles a la contaminación superficial que los de tipo Rayleigh.

- Debido a que las ondas pseudo-Rayleigh penetran en el sustrato a una mayor profundidad que las SAW la densidad de potencia acústica será menor. Por lo tanto, los dispositivos que utilicen ondas pseudo-SAW podrán manejar mayores potencias sin que los IDTs se deterioren debido a vibraciones violentas de la superficie y sin que aparezcan faltas de linealidad.

El funcionamiento y la respuesta en frecuencia de un dispositivo de onda acústica en superficie están caracterizados por la geometría de los IDTs, el tipo de sustrato piezoeléctrico y el tipo de onda que se propaga. A pesar de la gran variedad de dispositivos que pueden fabricarse, éstos pueden clasificarse en cuatro grandes grupos:

1. Dispositivos con IDTs bidireccionales: líneas de retardo fijo para osciladores, filtros de recuperación de reloj para comunicaciones por fibra óptica, osciladores de frecuencia de referencia precisa, filtros de frecuencia intermedia para receptores móviles y sin cable, filtros Nyquist para radio digital, etc.
2. Resonadores y filtros resonantes: osciladores de frecuencia de referencia fija y sintonizables, resonadores para circuitos de control en transmisores para puertas de garaje, resonadores para circuitos transmisores para alertas médicas, filtros resonadores compactos para aplicaciones de radiofrecuencia, duplexores de antena de alta potencia para transductores móviles, etc.
3. Dispositivos con IDTs unidireccionales: filtros de frecuencia intermedia de bajas pérdidas, osciladores multimodo para comunicaciones en espectros amplios, etc.
4. Funcionamiento no lineal: convolucionadores para comunicaciones en espectros amplios, etc.

1.2.3. PROPAGACIÓN DE LAS ONDAS ACÚSTICAS EN SUPERFICIE

Como ya se ha visto, la generación de ondas acústicas en superficie en un dispositivo SAW tiene lugar a través de la aplicación de una diferencia de potencial a un transductor interdigitado metálico en la superficie de un sustrato piezoeléctrico. En un dispositivo básico hacen falta dos IDTs: uno de entrada que convierta las

variaciones en el potencial en ondas acústicas mecánicas, y otro de salida que transforme estas ondas otra vez en una señal eléctrica. Las ondas de tipo SAW se propagan por la superficie del material, penetrando en él a una profundidad equivalente a la longitud de onda acústica. No obstante, como ya se ha mencionado, unas ondas similares, denominadas ondas pseudo-SAW, a menudo se incluyen bajo la denominación de ondas acústicas de superficie [Campbell98]. Estas ondas pseudo-SAW son las ondas LSAW (*leaky surface acoustic wave*), SSBW (*surface skimming bulk wave*) o STW (*surface transversal wave*); la figura 1.4 muestra una representación esquemática del movimiento de los átomos para cada uno de estos tipos de ondas:

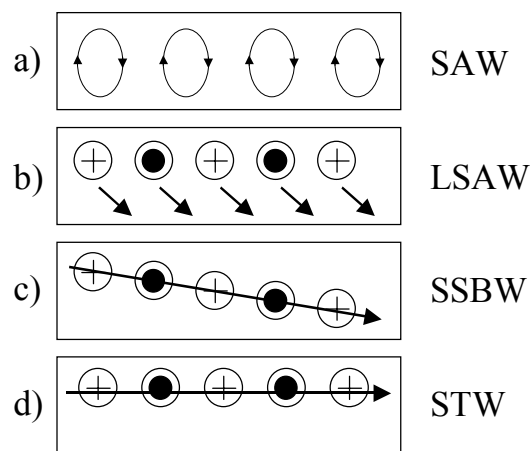


Figura 1.4. Representación esquemática del movimiento de los distintos tipos de ondas pseudo-SAW:
a) Onda Rayleigh (onda SAW real). **b)** Onda LSAW. **c)** Onda SSBW. **d)** Onda STW.

Como ya se ha indicado en la figura anterior, la propagación de una onda Rayleigh está asociada con un desplazamiento elíptico de los átomos de la superficie del material que depende del tiempo, tal y como representa la figura 1.5:

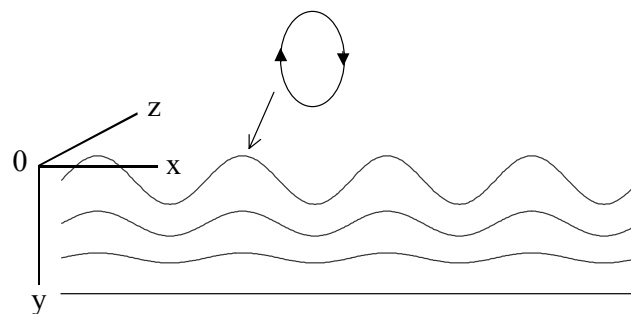


Figura 1.5. Esquema del movimiento elíptico de la superficie de un sustrato piezoeléctrico al propagarse por él una onda Rayleigh.

Puede considerarse que el movimiento de las partículas tiene lugar predominantemente en el plano x-y de la figura [Campbell98]. Una de las componentes de este desplazamiento es paralela a la dirección de propagación de la onda (eje x), mientras que la otra es perpendicular a la superficie (eje y). Ambas componentes están desfasadas 90° entre sí en el dominio del tiempo, de manera que cuando en un momento dado el desplazamiento es máximo en una dirección es mínimo en la otra, y viceversa. Por otro lado, el desplazamiento máximo es mayor en la dirección del eje y que en la dirección del eje x. La amplitud máxima de cualquiera de estos desplazamientos es despreciable para profundidades de penetración en el sólido mayores que unas pocas longitudes de onda acústica ($\lambda = v_s / f$).

La descripción del mecanismo de propagación de las ondas elásticas en principio requeriría calcular tanto las ecuaciones mecánicas del movimiento como sus ecuaciones electromagnéticas (dadas por las leyes de Maxwell). Sin embargo, puesto que las ondas de tipo Rayleigh se propagan a velocidades 10^5 veces menores que la velocidad de la luz, puede considerarse que el movimiento mecánico será el que domine los procesos de transmisión. Aunque las ondas solución para esta propagación son muy complejas, el potencial eléctrico Φ que inducen en la superficie del material piezoeléctrico puede modelarse con bastante exactitud como una onda de potencial Φ (en voltios) y desplazamiento U (en metros) tal que

$$\Phi = \Phi(x, t) \approx |\Phi| \cdot e^{j(\omega t - \beta \cdot x)} \cdot e^{-\beta |y|} \quad (1.13)$$

$$U = U(x, t) \approx |U| \cdot e^{j(\omega t - \beta \cdot x)} \cdot e^{-\beta |y|} \quad (1.14)$$

donde $\omega = 2 \cdot \pi \cdot f$ es la frecuencia angular (en radianes por segundo) de la señal aplicada, mientras que β es la constante de fase (en radianes por metro), de manera que $\beta \cdot \lambda = 2 \cdot \pi$.

A la hora de modelar el comportamiento de una onda acústica de superficie mediante un circuito eléctrico se asume que la onda electromagnética que se propaga es una onda transversal electromagnética (TEM) pura. Por otra parte, para estudiar algunos procesos de transmisión y reflexión SAW es conveniente utilizar modelos de circuitos equivalentes de líneas de transmisión. De esta forma se puede hablar de la propagación SAW en términos de los parámetros eléctricos equivalentes.

Los dos parámetros del material más importantes que se utilizan en el diseño de filtros SAW son la velocidad de propagación acústica v_s y el coeficiente de acoplo electromecánico k^2 ; éste da una medida de la eficacia del material piezoeléctrico para convertir una señal eléctrica en energía mecánica asociada a una onda acústica en superficie. Puesto que sus valores son bajos, normalmente se expresan en tanto por ciento. La tabla 1.II muestra las características de diversos materiales piezoeléctricos en cuanto a la propagación de ondas Rayleigh. Además de la velocidad y del coeficiente k^2 , se incluyen características como el coeficiente térmico de retardo α_T y la capacitancia de los IDTs C_0 por par de dedos para una longitud de 1 cm.

Tabla 1.II. Parámetros de diseño en dispositivos de onda Rayleigh para distintos sustratos piezoeléctricos.

Material	Corte	Eje SAW	v_s (m/s)	k^2 (%)	α_T (ppm/°C)	C_0 (pF/cm)
Cuarzo (SiO ₂)	ST	X	3.158	0'11	~ 0 a 25°C	0'55
Niobato de litio (LiNbO ₃)	Y	Z	3.488	4'5	94	4'6
Niobato de litio (LiNbO ₃)	128°	X	3.992	5'3	75	5'0
Óxido de bismuto y germanio (Bi ₁₂ GeO ₂₀)	110	001	1.681	1'4	120	--
Tantalato de litio (LiTaO ₃)	77'1° rotado Y	Z'	3.254	0'72	35	4'5
Arseniuro de galio (GaAs)	(100)	<110>	< 2.841	< 0'06	35	--

En el apartado 3.6 se entrará a explicar con detalle el significado del parámetro k^2 y cómo se han obtenido sus valores para el nitrato de aluminio.

1.2.4. MODELOS PARA SIMULAR DISPOSITIVOS SAW

Existen diferentes modelos para analizar los dispositivos de onda acústica en superficie; entre ellos se encuentran el modelo de la función delta y el modelo circuital.

El **modelo de la función delta** fue propuesto como el modelo más simple para un IDT [Campbell98], y ha sido utilizado ampliamente para obtener información básica sobre la función de transferencia de un filtro SAW con IDTs bidireccionales, considerándolos como una superposición de fuentes de onda periódicas. Este modelo aproxima la distribución de campo eléctrico entre dos peines consecutivos de un IDT como un número finito de funciones delta. Aunque la distribución del campo variable con el tiempo bajo los peines puede ser compleja, como aproximación puede considerarse normal a la superficie del material piezoeléctrico. Por lo tanto, en las representaciones de la figura 1.6 el campo se encuentra en el plano xy:

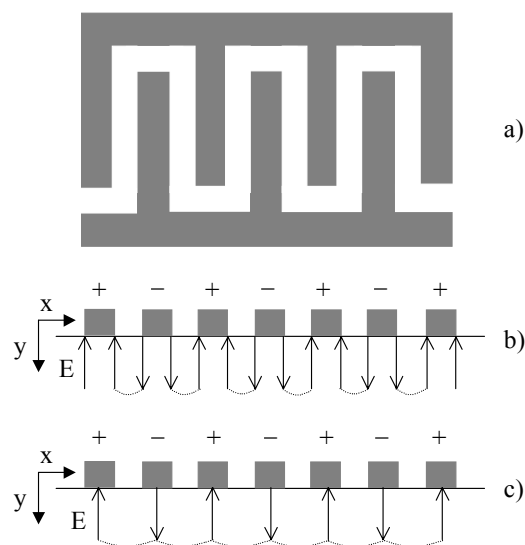


Figura 1.6. Esquema de la aproximación del campo eléctrico mediante el modelo de la función delta. **a)** Electrodo interdigitado bidireccional. **b)** Modelado con fuentes de campo en los bordes de los peines. **c)** Simplificación del modelo con una única fuente de campo bajo cada electrodo.

En el IDT representado en la figura 1.6.a, cuya respuesta es la función $H_i(f)$, en un momento dado cada peine tiene una polaridad opuesta a la del peine adyacente y una acumulación de carga de signo contrario. Puesto que las cargas de distinto signo se atraen, éstas se concentrarán en los bordes de los peines; por lo tanto, la distribución de carga resultante puede modelarse mediante funciones delta situadas

en los bordes de los peines (como puede verse en la figura 1.6.b), cuya amplitud es proporcional a la tensión aplicada. Sin embargo, el modelo puede simplificarse aún más sustituyendo las dos funciones delta en los bordes de un peine por una única función en el centro de dicho peine, como se ve en la figura 1.6.c. De este modo, por otra parte, el modelo es válido aunque el ancho de los peines no sea igual a la separación entre ellos.

Estas funciones delta equiespaciadas pueden sumarse en un punto conveniente del eje x ; normalmente se toma como $x = 0$ el centro del IDT. Puesto que este modelo sólo permite el cálculo de pérdidas de inserción relativas, las amplitudes de las funciones delta de cada peine pueden normalizarse a un valor $|E_y| = 1$. De este modo, la suma de todas las fuentes de campo da la respuesta en frecuencia del IDT $H_i(f)$:

$$H_i(f) = \sum_{n=-(N-1)/2}^{(N-1)/2} (-1)^n \cdot A_n \cdot e^{-j \cdot \beta \cdot x_n} \quad (1.15)$$

El término $(-1)^n$ se refiere a la polaridad alternada de los peines, y A_n es un parámetro relacionado con la amplitud que depende de la geometría de los electrodos. Aunque las amplitudes de las funciones delta son constantes, la fase de cada una de ellas en el punto de suma ($x = 0$) depende de su distancia hasta ese punto (x). De ahí el término exponencial para cada uno de los peines situados en puntos discretos $-x_N \leq x_n \leq x_N$ a lo largo de todo el IDT. Para frecuencias próximas a la frecuencia central f_0 esta función de transferencia puede aproximarse por una función de tipo sinc, de manera que

$$|H_i(f)| = \left| \frac{\text{sen}(N_i \cdot \pi \cdot \frac{f - f_0}{f_0})}{N_i \cdot \pi \cdot \frac{f - f_0}{f_0}} \right| \quad (1.16)$$

donde N_i es el número de peines del IDT. A partir de esta expresión para cada uno de los dos IDTs y teniendo en cuenta la ecuación (1.12) se puede obtener la función de transferencia global del filtro SAW, que es como la representada en la figura 1.7:

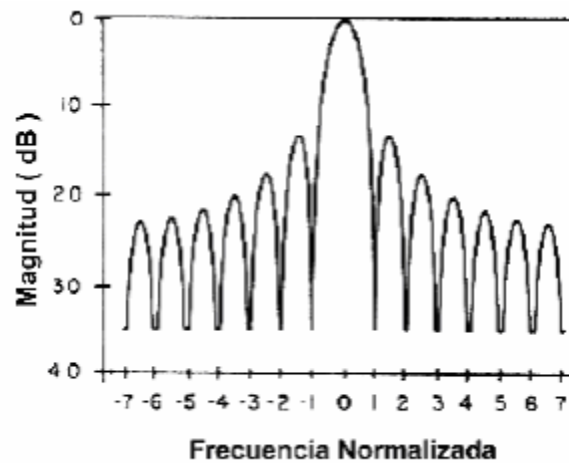


Figura 1.7. Respuesta en frecuencia de un filtro SAW [Mata99].

Aunque este modelo permite evaluar de una forma razonable las características de un electrodo interdigitado no permite incluir los efectos de las reflexiones en su interior, que en ocasiones afectan de forma significativa a la respuesta del dispositivo. Por este motivo es común el uso del **modelo circuital**, que sí tiene en cuenta dichos efectos [Hashimoto00]. Existen dos configuraciones posibles con las que aproximar la distribución del campo bajo un IDT, como se puede ver en la figura 1.8:

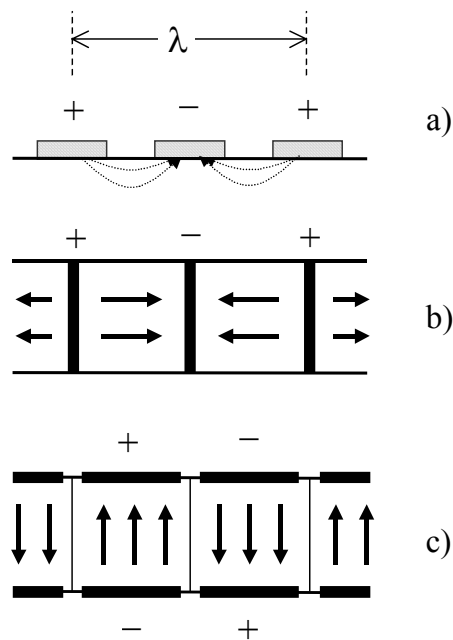


Figura 1.8. Esquema del modelo circuital. **a)** Distribución real del campo eléctrico bajo los electrodos. **b)** Aproximación en línea. **c)** Aproximación de campo cruzado.

En la primera de estas configuraciones, llamada aproximación en línea (figura 1.8.b) el campo eléctrico que aparece bajo los electrodos (representado en la figura 1.8.a) se considera paralelo a la superficie del material piezoeléctrico y a la dirección de propagación de la onda acústica, mientras que con la aproximación de campo cruzado (figura 1.8.c) se considera normal a los electrodos. Normalmente se utiliza el modelo de campo cruzado en vez de el modelo en línea debido a su buena concordancia con los resultados experimentales. Utilizando este modelo, cada una de las secciones periódicas de un IDT puede representarse a través del circuito equivalente de Mason, que es el que muestra la siguiente figura:

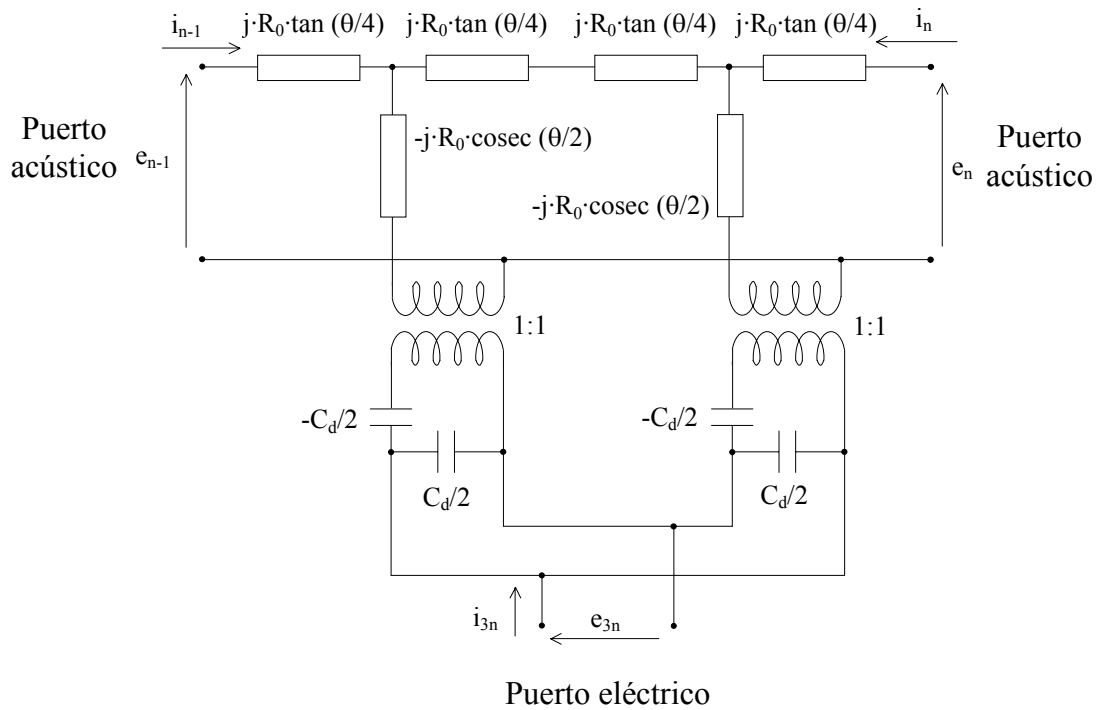


Figura 1.9. Circuito equivalente de Mason para una sección periódica de un IDT.

Como puede verse en el circuito anterior, cada IDT se representa como una red de tres puertos, dos acústicos (cuyo circuito eléctrico equivalente es el correspondiente a una línea de transmisión SAW pasiva) y uno eléctrico (en el que se aplican y detectan las señales) [Campbell98]. El circuito de la figura está basado en el modelo de campo en línea; para la aproximación de campo cruzado el circuito es válido, pero en ese caso hay que cortocircuitar los condensadores de valor negativo [Banda95]. El circuito equivalente del transductor completo se obtiene conectando entre sí tantos circuitos como el de la figura 1.9 como secciones tenga el IDT; para ello, los puertos

acústicos se conectan en serie y los puertos eléctricos en paralelo. Este modelo, al contrario que el modelo de la función delta visto anteriormente, permite calcular funciones de transferencia del transductor tales como su impedancia eléctrica, sus pérdidas de inserción, etc.

Con el fin de simplificar los cálculos se han ignorado las reflexiones acústicas entre las discontinuidades en los peines del IDT, lo cual es válido en electrodos de muy bajo espesor (en los que $h/\lambda \ll 1\%$, siendo h el espesor del metal) [Campbell98]. Para poder trabajar en términos eléctricos hay que sustituir los dos puertos acústicos por sus circuitos eléctricos equivalentes; para ello las fuerzas acústicas F en dichos puertos se transforman en tensiones eléctricas V , mientras que las velocidades SAW mecánicas v_s se transforman en corrientes equivalentes I . En función de una constante de proporcionalidad común estas transformaciones se expresan como

$$V = F / \Phi \quad (1.17)$$

$$I = v_s \cdot \Phi \quad (1.18)$$

Estas conversiones permiten expresar la impedancia mecánica característica del sustrato piezoeléctrico ($Z_m = F/v_s$) como una línea de transmisión equivalente de impedancia característica Z_0 , dada por

$$Z_0 = \frac{Z_m}{\Phi^2} \quad (1.19)$$

Para una onda acústica que se propaga por un sustrato de densidad ρ (kg/m³) y sección de área A (m²), la impedancia mecánica, en kg/s, es

$$Z_m = \rho \cdot v_s \cdot A \quad (1.20)$$

Las ecuaciones anteriores permiten derivar el valor de la admitancia eléctrica característica de la línea de transmisión SAW equivalente (es decir, la inversa de su impedancia eléctrica característica) como

$$G_0 = k^2 \cdot C_s \cdot f_0 \quad (1.21)$$

donde k^2 es el coeficiente de acoplo electromecánico (del que ya se habló, relacionándolo con las propiedades del material piezoeléctrico en la ecuación (1.8)), f_0 la frecuencia central del IDT y C_s la capacidad estática de una sección periódica del electrodo.

A partir de este modelo de campo cruzado el dispositivo SAW puede representarse en términos de una matriz de admitancias $[Y]$ según el circuito que se muestra en la figura 1.10:

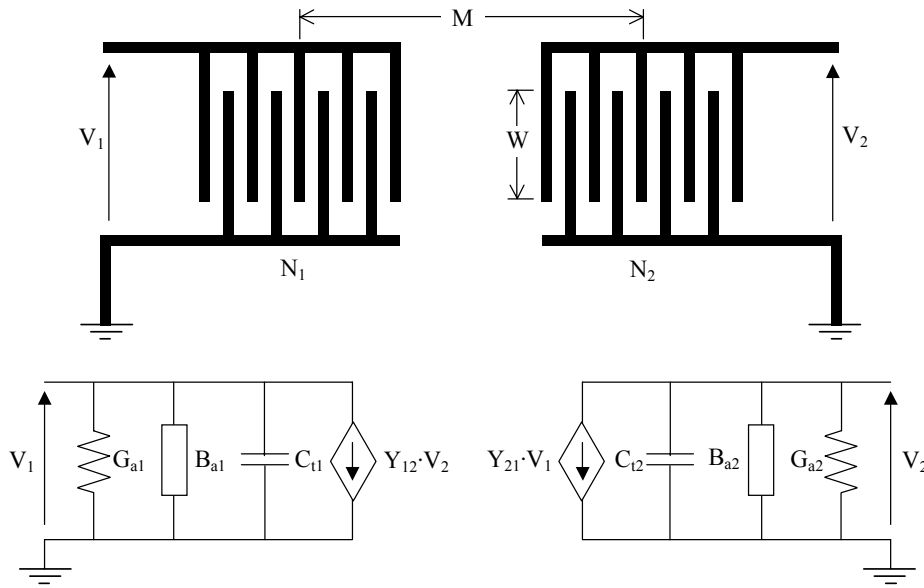


Figura 1.10. Circuito equivalente de parámetros Y de una línea de retardo SAW.

donde los términos G_{ai} (conductancia de radiación) y B_{ai} (susceptancia de radiación) corresponden a la energía acústica que se pierde y se almacena, respectivamente, en cada uno de los IDTs, los términos C_{ti} (capacidad estática total) se deben a la energía eléctrica almacenada en ellos y la fuente de corriente de cada IDT representa la influencia de la onda que llega reflejada desde el otro. Las expresiones de dichos elementos son [Banda95]:

$$G_{ai} = \hat{G}_{ai} \cdot \left(\frac{\text{sen} x_i}{x_i} \right)^2 \quad (1.22)$$

$$B_{ai} = \hat{G}_{ai} \cdot \frac{\text{sen} 2x_i - 2x_i}{2x_i^2} \quad (1.23)$$

$$C_{ii} = N_i \cdot C_d \quad (1.24)$$

donde

$$\hat{G}_{ai} = \frac{4}{\pi} \cdot k^2 \cdot \omega_0 \cdot C_d \cdot N_i^2 \quad (1.25)$$

$$x_i = N_i \cdot \pi \cdot \frac{\omega - \omega_0}{\omega_0} \quad (1.26)$$

$$C_d = C_s \cdot W \cdot \frac{v_s}{f_0} \quad (1.27)$$

En estas ecuaciones k^2 es el coeficiente de acoplo electromecánico, ω la frecuencia angular síncrona, ω_0 la frecuencia de resonancia (igual a $2 \cdot \pi \cdot f_0$), N_i el número de secciones periódicas de cada IDT, C_d la capacidad estática de cada una de estas secciones, C_s la capacidad del sustrato por unidad de longitud, v_s la velocidad de la onda acústica y W la apertura acústica (que, como puede verse en la figura 1.10, es el solapamiento entre los peines de cada una de las dos partes de un IDT).

La figura 1.11 muestra la variación con la frecuencia de la susceptancia de radiación y la conductancia de radiación para un filtro ideal:

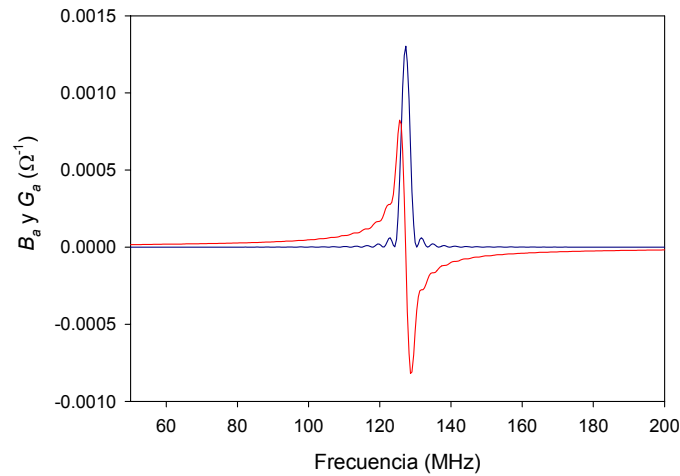


Figura 1.11. Representación de los parámetros B_a (en rojo) y G_a (en azul) frente a la frecuencia para un filtro ideal.

Como ya se ha explicado, estos parámetros circuitales permiten determinar los términos de la matriz de admitancias del dispositivo, que es una matriz de 2×2 elementos que relaciona las magnitudes que se muestran en la figura 1.12 según la ecuación (1.28) y que permite determinar las características de transmisión del dispositivo.

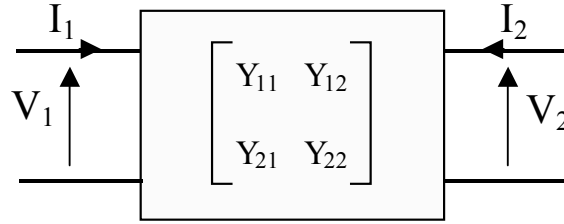


Figura 1.12. Matriz de parámetros Y de un dispositivo.

$$\begin{bmatrix} I_1 \\ I_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Y_{11} & Y_{12} \\ Y_{21} & Y_{22} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} V_1 \\ V_2 \end{bmatrix} \quad (1.28)$$

Cada uno de los términos de la matriz de parámetros Y puede obtenerse, a partir del circuito que se muestra en la figura 1.10, como:

$$Y_{11} = G_{a1} + j \cdot (B_{a1} + \omega \cdot C_{t1}) \quad (1.29)$$

$$Y_{22} = G_{a2} + j \cdot (B_{a2} + \omega \cdot C_{t2}) \quad (1.30)$$

$$Y_{12} = Y_{21} = \sqrt{G_{a1} \cdot G_{a2}} \cdot e^{-j \cdot \omega \cdot \frac{M}{f_0}} \quad (1.31)$$

siendo M la longitud acústica del dispositivo (representada en la figura 1.10 como la distancia entre los centros de ambos IDTs). Estas expresiones permiten obtener la variación de los parámetros Y (tanto de la parte real como de la parte imaginaria) de un filtro con la frecuencia, como se muestra en la siguiente figura:

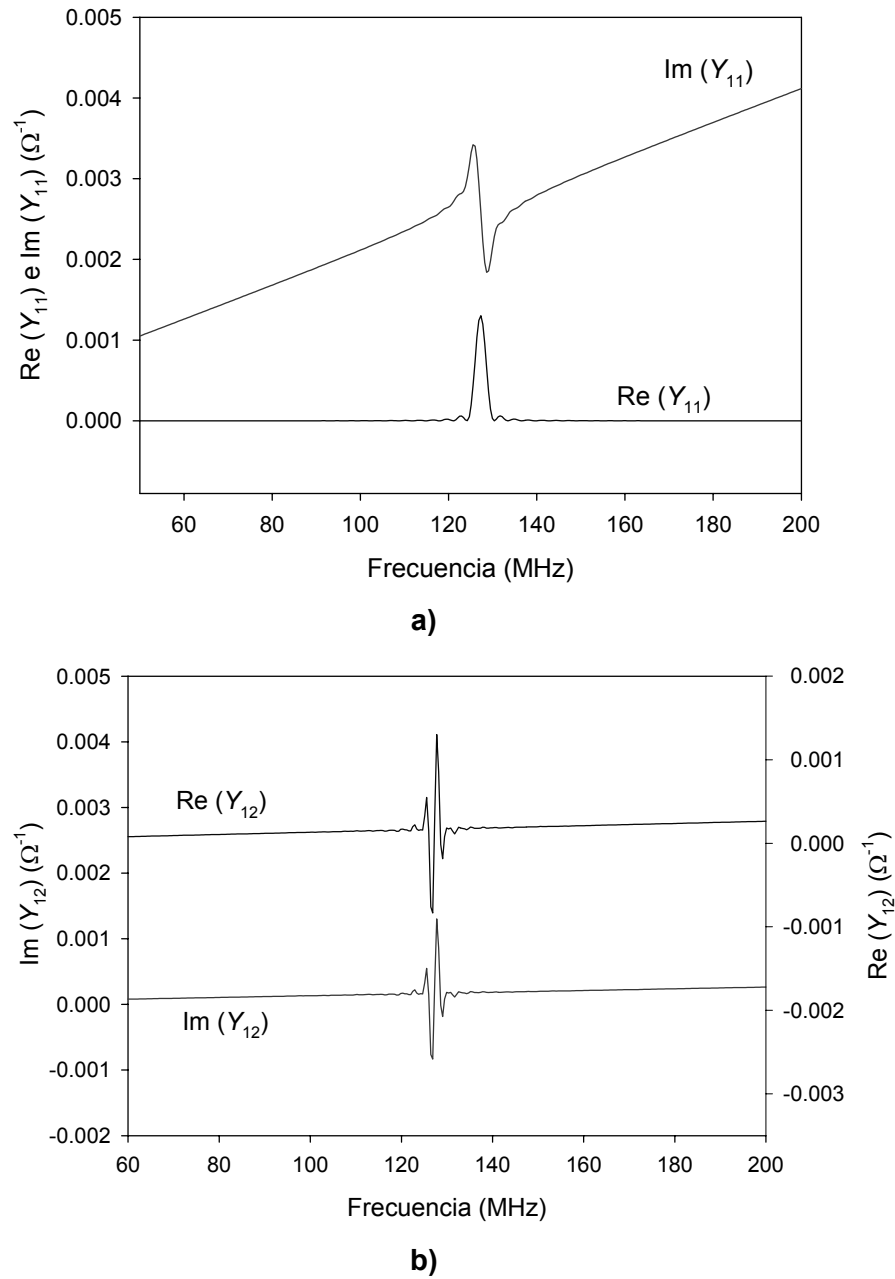


Figura 1.13. Representación de la parte real e imaginaria de **a)** Y_{11} y **b)** Y_{12} frente a la frecuencia para un filtro ideal.

No obstante, los analizadores de espectros que se utilizan normalmente para caracterizar los filtros SAW no proporcionan los parámetros Y del dispositivo, sino los parámetros S (de *scattering*). Estos parámetros definen el comportamiento del dispositivo en cuanto a transmisión y reflexión de la señal, y se definen a través de las señales que entran y salen de él como se muestra en la siguiente figura:

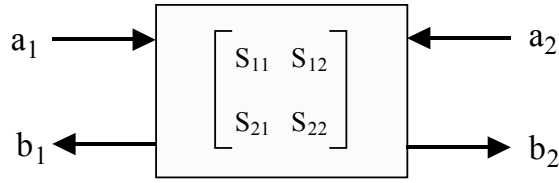


Figura 1.14. Matriz de parámetros S de un dispositivo.

Utilizando como variables independientes las señales de entrada (a_1 y a_2) y como variables dependientes las señales de salida (b_1 y b_2), las ecuaciones que relacionan estas variables a través de los parámetros S vienen dadas por

$$b_1 = S_{11} \cdot a_1 + S_{12} \cdot a_2 \quad (1.32)$$

$$b_2 = S_{21} \cdot a_1 + S_{22} \cdot a_2 \quad (1.33)$$

y en forma matricial por

$$\begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} a_1 \\ a_2 \end{bmatrix} \quad (1.34)$$

Los parámetros S muestran la variación con la frecuencia que puede verse en las figuras 1.15 y 1.16:

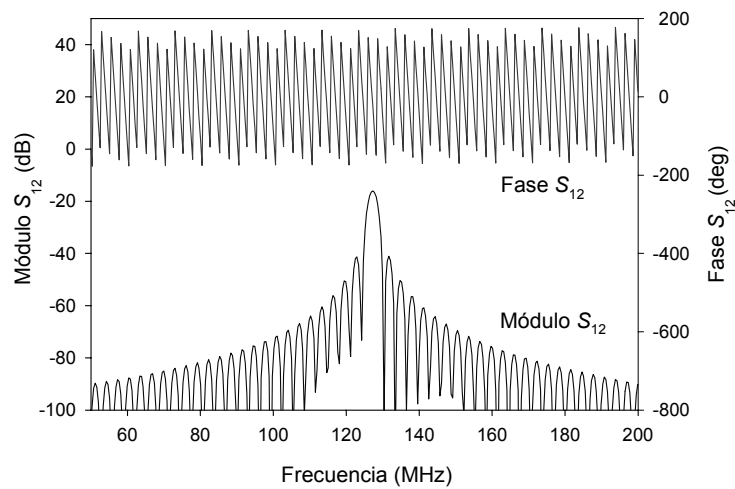


Figura 1.15. Representación del módulo y la fase de S_{12} frente a la frecuencia para un filtro ideal.

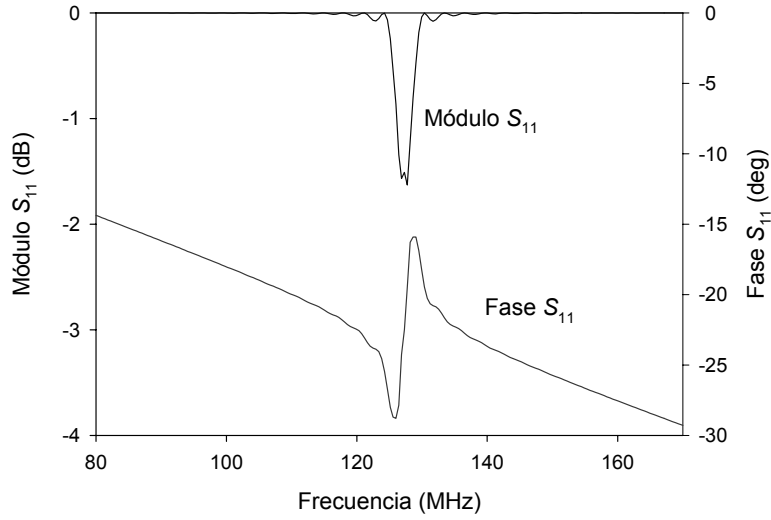


Figura 1.16. Representación del módulo y de la fase de S_{11} frente a la frecuencia para un filtro ideal.

Es posible pasar de parámetros S a parámetros Y , y viceversa, a través de relaciones bien conocidas [Motorola93]:

$$S_{11} = \frac{(1 - Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 + Z_0 \cdot Y_{22}) + Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}}{(1 + Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 + Z_0 \cdot Y_{22}) - Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}} \quad (1.35)$$

$$S_{12} = \frac{-2 \cdot Z_0 \cdot Y_{12}}{(1 + Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 + Z_0 \cdot Y_{22}) - Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}} \quad (1.36)$$

$$S_{21} = \frac{-2 \cdot Z_0 \cdot Y_{21}}{(1 + Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 + Z_0 \cdot Y_{22}) - Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}} \quad (1.37)$$

$$S_{22} = \frac{(1 + Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 - Z_0 \cdot Y_{22}) + Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}}{(1 + Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 + Z_0 \cdot Y_{22}) - Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}} \quad (1.38)$$

$$Y_{11} = \left[\frac{(1 + S_{22}) \cdot (1 - S_{11}) + S_{12} \cdot S_{21}}{(1 + S_{11}) \cdot (1 + S_{22}) - S_{12} \cdot S_{21}} \right] \cdot \frac{1}{Z_0} \quad (1.39)$$

$$Y_{12} = \left[\frac{-2 \cdot S_{12}}{(1 + S_{11}) \cdot (1 + S_{22}) - S_{12} \cdot S_{21}} \right] \cdot \frac{1}{Z_0} \quad (1.40)$$

$$Y_{21} = \left[\frac{-2 \cdot S_{21}}{(1 + S_{11}) \cdot (1 + S_{22}) - S_{12} \cdot S_{21}} \right] \cdot \frac{1}{Z_0} \quad (1.41)$$

$$Y_{22} = \left[\frac{(1 + S_{11}) \cdot (1 - S_{22}) + S_{12} \cdot S_{21}}{(1 + S_{11}) \cdot (1 + S_{22}) - S_{12} \cdot S_{21}} \right] \cdot \frac{1}{Z_0} \quad (1.42)$$

En estas ecuaciones, Z_0 es la impedancia característica de la línea de transmisión utilizada en el analizador de espectros, típicamente de 50 Ω .

2. TECNOLOGÍAS DE FABRICACIÓN

2.1. DEPÓSITO DE MATERIALES POR PULVERIZACIÓN

La pulverización (*sputtering*) es un mecanismo físico que consiste en la extracción de átomos de la superficie de un material al incidir sobre él partículas, habitualmente iones, con una alta energía. Generalmente, un proceso de pulverización consta de cuatro pasos [Wolf86]:

- 1) Se generan iones que son acelerados hacia un blanco.
- 2) Estos iones arrancan átomos del blanco.
- 3) Los átomos extraídos viajan hacia el sustrato.
- 4) Al llegar al sustrato, los átomos permanecen sobre él en forma de película delgada.

En la práctica totalidad de los sistemas de pulverización la fuente de iones es una descarga luminosa. Una descarga luminosa es un tipo de plasma autosustentado, es decir, un gas parcialmente ionizado que contiene un número igual de cargas positivas y negativas, así como partículas neutras. La figura 2.1 muestra la estructura típica de una descarga en un sistema de pulverización:

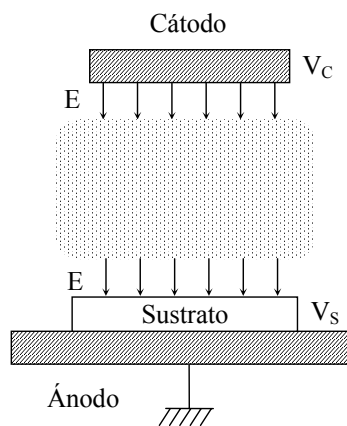


Figura 2.1. Estructura de la descarga en un sistema de pulverización.

Delante del cátodo existe una zona de baja luminosidad, separada de la zona luminosa por una frontera bien definida. La descarga es eléctricamente neutra, por lo que el potencial eléctrico será el mismo en toda ella y toda la caída de tensión tendrá lugar en la zona oscura, originando un campo eléctrico que aleja a los electrones del cátodo. Debido a la aceleración sufrida, éstos adquieren una alta energía, suficiente

como para ionizar los átomos del gas de la descarga al chocar contra ellos. La anchura de la zona oscura es la distancia media que viaja un electrón antes de sufrir una colisión ionizante con un átomo.

Por otro lado, el campo eléctrico que existe en la zona oscura acelera los iones positivos presentes en la descarga hacia el cátodo. Es muy probable que a lo largo de la zona oscura estos iones energéticos choquen con átomos neutros, transfiriéndoles la carga pero manteniendo su momento. De esta manera, el blanco es bombardeado no sólo por iones acelerados, sino también por átomos neutros; cuando esto ocurre, el cátodo emite electrones secundarios que son los que mantienen la descarga.

Cuando una superficie sólida es bombardeada por partículas (átomos, iones o moléculas) pueden tener lugar distintos fenómenos. Si la energía con la que llegan es muy elevada, estas partículas se implantarán en el blanco; si es muy baja, las partículas se reflejarán sin interactuar con el sólido. En casos intermedios, parte de la energía de las partículas incidentes se transfiere al blanco en forma de calor, y el resto de la energía hace que se desprendan átomos de la superficie del blanco y que sean emitidos hacia la descarga. En realidad, los átomos se desprenden de la superficie del material a través de una serie de colisiones [Wolf86]. Al incidir una partícula sobre un átomo del blanco, éste se desplazará de su posición y colisionará con otro átomo vecino, que a su vez colisionará con otro. Como resultado de esta cascada de colisiones, algún átomo del blanco puede llegar a su superficie con una energía suficiente como para escapar de él.

La eficiencia de extracción (átomos extraídos por cada ión incidente) determinará en gran medida la velocidad de depósito del material. Además de depender de la dirección en la que inciden los iones sobre el blanco, esta eficiencia depende del material del blanco, de la masa de los iones que lo bombardean, de su energía, etc. Sin embargo, la distribución energética de los átomos desprendidos no depende de la energía de los iones incidentes [Westwood77]; todos los átomos son despedidos con una energía suficientemente baja (unos pocos eV) como para termalizarse tras unos pocos choques, de forma que su contribución energética es despreciable.

Por otro lado, al bombardear el blanco pueden desprenderse diferentes tipos de partículas: átomos, dímeros, trímeros y sus respectivos iones negativos y positivos (además de los electrones secundarios necesarios para mantener la descarga).

Debido al potencial negativo del cátodo, las partículas con carga positiva volverán a él, mientras que el resto serán lanzadas hacia la descarga. Otro efecto del bombardeo del blanco es el de extraer átomos del gas que puedan haber quedado atrapados en su superficie durante el bombardeo previo.

El campo eléctrico presente en la zona oscura acelera hacia la descarga luminosa a los iones negativos extraídos del blanco, que colisionan con los átomos del gas. Sin embargo, una vez fuera de la zona oscura los iones dejan de ser acelerados y pierden gran parte de su energía. Por otro lado, los átomos neutros también sufren colisiones que hacen disminuir su energía y su direccionalidad. La energía que conserva el átomo tras una colisión con otro átomo depende de la relación entre sus masas respectivas, que también determina el cambio de dirección de los átomos tras el choque. La distancia entre el blanco y el sustrato en un sistema de pulverización convencional es tal que los átomos sufrirán probablemente un número de colisiones suficiente como para termalizarse incluso a bajas presiones de trabajo. Por tanto, los átomos arrancados del blanco pueden llegar al sustrato con una energía reducida o por difusión, o bien cambiar de dirección y dirigirse hacia las paredes de la cámara o de vuelta al blanco.

La forma en la que crece una película tendrá una gran influencia en sus propiedades finales. El material empieza a crecer formando islas tridimensionales; cuanto mayor sea la movilidad en la superficie, más grandes serán estas islas y, por lo tanto, hará falta aportar más material hasta que la película se vuelva continua. Por otra parte, una mayor movilidad implica un menor número de defectos cristalinos y un tamaño de grano mayor. En el caso de la pulverización, la movilidad superficial no es muy elevada, por lo que ésta es una técnica apropiada para conseguir películas delgadas con un tamaño de grano pequeño.

Si la presión en la cámara de depósito es suficientemente baja como para que los átomos del blanco puedan llegar al sustrato sin sufrir muchas colisiones la energía de bombardeo de dichos átomos contribuirá a calentar el sustrato. Un aumento de la temperatura del sustrato conlleva una mayor movilidad superficial, al aumentar la energía térmica de los átomos. Debido a que la movilidad de los átomos en la superficie del sustrato determina la orientación con la que crecerán los cristales, la presión en la cámara de depósito influye en gran medida en la orientación de la película.

Sólo un 1% de la energía de los iones incidentes en el blanco está presente en los átomos arrancados de él [Chapman80]. Por este motivo, la pulverización es un proceso poco eficaz, ya que la mayor parte de la energía se disipa en forma de calor, principalmente en el blanco, pero también en el sustrato. Sin embargo, aunque las partículas presentes en la descarga que chocan contra él contribuyen a calentarlo, no lo hacen de forma significativa. Por lo tanto, una de las ventajas del uso de esta técnica es que permite obtener el material a bajas temperaturas, haciendo compatible el proceso con la tecnología del silicio.

Existen distintas modalidades de pulverización. Es posible utilizar una fuente de radiofrecuencia en vez de una de continua para crear la descarga. Con dicha descarga de radiofrecuencia se evita que el blanco que es bombardeado se vaya cargando y repela la llegada de nuevos iones. Por este motivo, este tipo de fuente es el que se utiliza cuando el blanco es de un material aislante. La figura 2.2 muestra un sistema de radiofrecuencia típico. Como se explicará con más detalle en el apartado siguiente, es necesaria una red de acoplo para adaptar la impedancia entre el plasma y la fuente de radiofrecuencia. Se usa asimismo un condensador de bloqueo para aislar la fuente de la cámara de depósito.

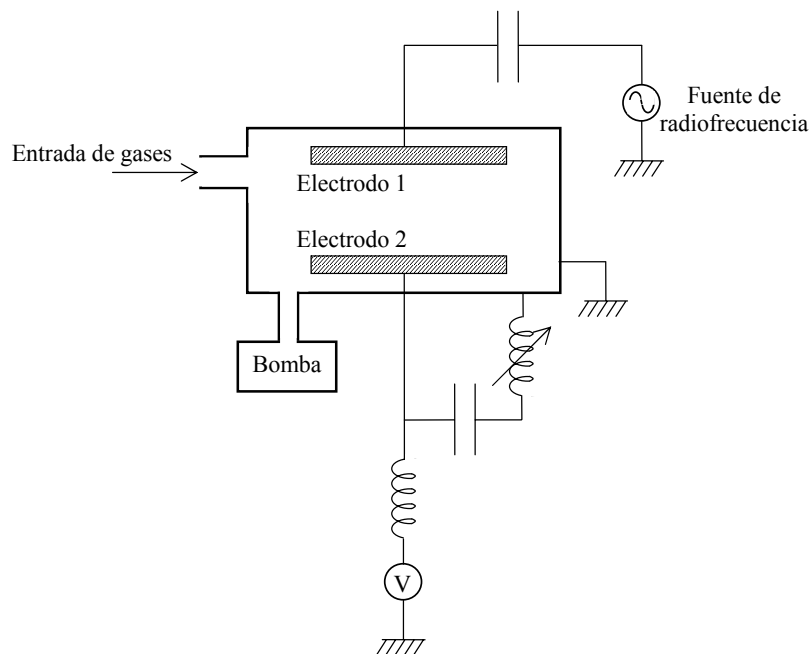


Figura 2.2. Esquema de un sistema de radiofrecuencia.

En los sistemas de pulverización convencionales la mayoría de los electrones secundarios emitidos desde el blanco no causan fenómenos de ionización con los átomos del gas de la descarga, sino que se limitan a producir calentamiento indeseado. La técnica de pulverización de tipo magnetrón consiste en aplicar campos magnéticos para confinar los electrones cerca del blanco, aumentando así la cantidad de ellos que causan colisiones ionizantes. De esta manera aumenta la densidad de corriente en el blanco y, por tanto, la velocidad de depósito. Por último, cabe destacar la existencia de la pulverización reactiva, que consiste en introducir gases reactivos en la cámara de proceso durante el proceso de depósito; de esta forma, el material arrancado del blanco se combina con estos gases, habitualmente en el sustrato, dando lugar a compuestos.

2.2. DEPÓSITO DE NITRURO DE ALUMINIO

Los sustratos que se han utilizado para depositar el nitruro de aluminio son obleas de silicio (100) y (111) con resistividades comprendidas entre 10 $\Omega\cdot\text{cm}$ y 4.000 $\Omega\cdot\text{cm}$, así como trozos de vidrio. Sobre algunos de los sustratos de silicio se ha depositado una capa de dióxido de silicio de 2.000 Å por pulverización reactiva o por oxidación térmica. En concreto, los distintos tipos de sustrato utilizados son:

- Silicio (100) de 10 $\Omega\cdot\text{cm}$.
- Silicio (100) de 10 $\Omega\cdot\text{cm}$ con SiO_2 .
- Silicio (100) de 4.000 $\Omega\cdot\text{cm}$ con SiO_2 .
- Silicio (111) de 40 $\Omega\cdot\text{cm}$ con SiO_2 .
- Silicio (111) de 200 $\Omega\cdot\text{cm}$ con SiO_2 .
- Distintos metales.
- Vidrio.

Antes de depositar el material hay que proceder a la limpieza exhaustiva de los sustratos, necesaria para eliminar posibles partículas de la superficie de los mismos. Dicha limpieza se lleva a cabo en una campana de química de flujo laminar de clase 100 de la marca Hepaire con sistemas de agua corriente, destilada y desionizada (con una resistividad de 18 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$) y de nitrógeno comprimido para el secado de las muestras como la que se muestra en la figura:

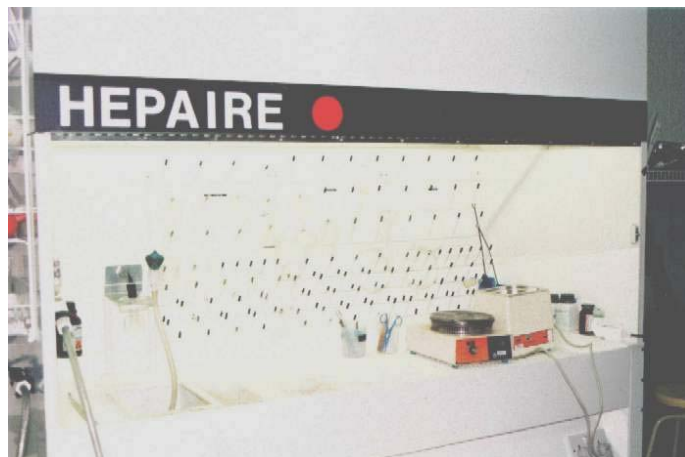


Figura 2.3. Campana de química Hepaire.

Tras cortar los sustratos en muestras del tamaño adecuado se lleva a cabo la limpieza, que consiste en introducirlas primero en una disolución de $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ en proporción 1:1:5 a 70°C durante 10 minutos. A continuación se aclararan con abundante agua desionizada. Para eliminar el posible óxido nativo de la superficie de los sustratos hay que introducirlos en $\text{FH}:\text{H}_2\text{O}$ (1:10) a temperatura ambiente durante unos segundos, y aclararlos de nuevo con agua desionizada. Finalmente se secan las muestras con la pistola de nitrógeno y se deposita la película de SiO_2 en los sustratos deseados.

El sistema de pulverización utilizado es un sistema comercial Leybold Z550, que se muestra en la figura 2.4, que está dotado de una fuente de continua y otra de radiofrecuencia (que es la utilizada para el depósito de nitruro de aluminio), lo cual permite depositar materiales tanto conductores como aislantes. El sistema dispone de cinco portablanco para blancos de seis pulgadas. En este caso el gas utilizado para encender la descarga es el argón, mientras que el gas reactivo es nitrógeno, cuyas moléculas, para las condiciones de trabajo típicas de un proceso de pulverización de este tipo, no se condensan de forma excesiva sobre la superficie del blanco [Schulte98]. La máquina tiene un sistema de vacío automático que consta de una bomba rotatoria y otra turbomolecular, así como controles automáticos del tiempo de predepósito y depósito y de la velocidad de giro u oscilación del portasustratos.



Figura 2.4. Sistema de pulverización Leybold Z550.

Típicamente, un proceso de depósito consta de los siguientes pasos:

- Aspirado de la campana de vacío para eliminar posibles partículas de su interior.
- Carga de las muestras en el portasustratos.
- Bombeo de la cámara hasta alcanzar el vacío deseado, que en el caso del nitruro de aluminio se encuentra en torno a $2 \text{ ó } 3 \cdot 10^{-7}$ Torr.
- Selección de los parámetros de depósito (blanco, flujo de los gases, tipo de fuente, rotación del portasustratos, tiempos de predepósito y depósito, tensión del cátodo).
- Aplicación de potencia para encender la descarga.
- Limpieza y estabilización del blanco, cubriendo los sustratos mediante un obturador que impide que se depositen partículas sobre ellos.
- Ajuste de la impedancia del plasma mediante la red de acoplo de forma que la potencia reflejada sea mínima, una vez retirado el obturador.
- Ajuste de la tensión de polarización del sustrato.
- Proceso de depósito.
- Fin del proceso y venteo de la campana de vacío para poder sacar las muestras.

Los parámetros que se han fijado en los diferentes depósitos de nitruro de aluminio son los que aparecen en la siguiente tabla. Los flujos de argón y nitrógeno se

han fijado para conseguir la presión total en la cámara de depósito deseada (entre 2 y 13 mTorr) con una proporción de nitrógeno entre el 15% y el 100%.

Tabla 2.1. Condiciones de depósito del AlN.

Blanco:	Aluminio
Fuente:	Radiofrecuencia
Portasustratos:	Parado
Tiempo de predepósito:	15 minutos
Tiempo de depósito:	20 – 100 minutos
Flujo de argón:	3 – 50 sccm
Flujo de nitrógeno:	3 – 7 sccm
Tensión de polarización:	8'5 – 65 V (negativa)
Tensión de cátodo:	1.700 V (negativa)

Si V_c es la tensión de cátodo, V_p la tensión del plasma, V_s la tensión del sustrato y V_a la tensión de ánodo, la distribución de la componente continua del potencial en los distintos elementos es:

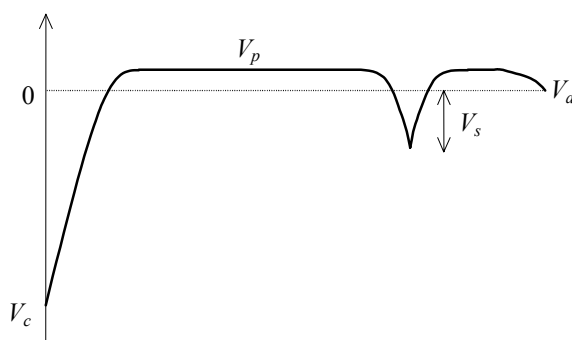


Figura 2.5. Distribución del potencial en un sistema de pulverización.

Debido al campo creado por la diferencia de potencial entre V_p y V_c , cuando los iones positivos se encuentran en la parte del plasma cercana al cátodo se ven atraídos por éste y chocan contra él, perdiendo parte de su energía tanto en la propia colisión como en las que sufren contra otras partículas en el camino hasta el blanco. Los iones correspondientes a especies relacionadas con el nitrógeno tienen una masa lo suficientemente pequeña como para que la extracción de material debida a sus

choques con el blanco sea muy baja y como para tener muchas probabilidades de ser despedidos de nuevo hacia el plasma después de chocar con el blanco, parte de ellos en forma de partículas neutras tras haber sido neutralizados en la colisión. Por el contrario, para la misma energía, la capacidad de extraer átomos del blanco es mayor en el caso de los iones de argón debido a su mayor masa, por lo que son ellos, y no los iones de nitrógeno, los que arrancan los átomos de aluminio de la superficie del cátodo de forma mayoritaria.

Cuando el sustrato está aislado eléctricamente se induce en él una tensión de autopolarización, cuyo valor viene dado por las condiciones de depósito (presión y composición del gas de la descarga) y la geometría de la máquina [Vossen78]. En muchos casos es conveniente fijar un valor determinado e independiente del resto de los parámetros de depósito (en concreto, de la presión total de trabajo) para dicha tensión. Para ello se puede derivar parte de la potencia suministrada por la fuente de radiofrecuencia al sustrato mediante un divisor de tensión y una red de acoplo adicional. La siguiente figura muestra un esquema de dicha red de acoplo para el sistema utilizado:

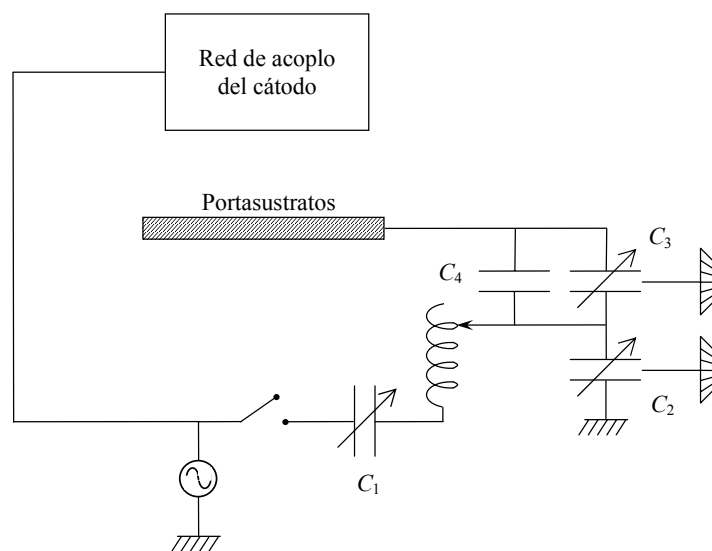


Figura 2.6. Esquema eléctrico de la red de acoplo que permite fijar la tensión de polarización del sustrato.

El interruptor que aparece en el esquema anterior permite derivar parte de la potencia de la fuente de radiofrecuencia hacia el sustrato mediante un acoplo de las impedancias del circuito representado. Cuando dicho interruptor está abierto el

sustrato no recibe potencia de la fuente a través de ese camino, pero sí a través del plasma. Si no existiera la red de acoplo del sustrato, que conecta el portasustratos a tierra a través de su impedancia, la impedancia que une el sustrato a tierra vendría determinada por las capacidades parásitas debidas a la geometría de la máquina. Por lo tanto, puede considerarse la red de acoplo del sustrato como un factor geométrico, por lo que el hecho de cambiar los valores de ciertos elementos de esta red de acoplo equivale a cambiar la geometría del sistema. La figura 2.7 muestra un esquema eléctrico del sistema completo incluyendo la red de acoplo anterior:

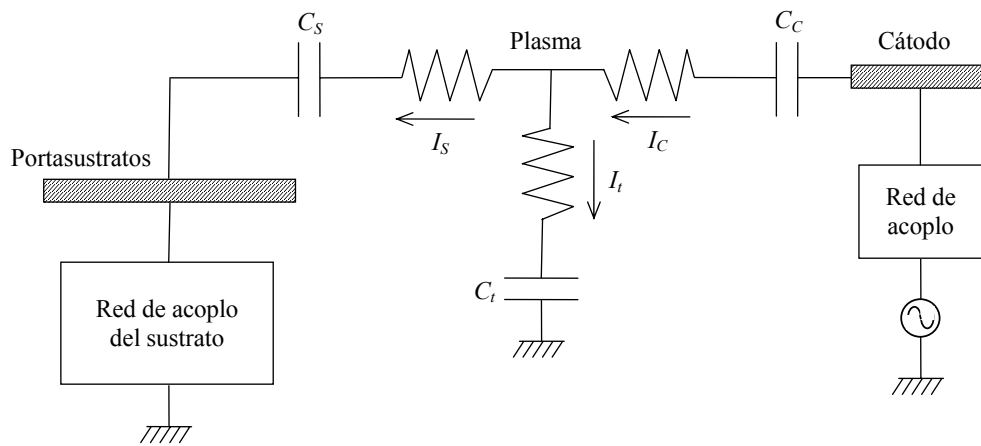


Figura 2.7. Esquema eléctrico del sistema de depósito.

En este esquema las capacidades C_c , C_s y C_t representan las condiciones de contorno del plasma respecto al cátodo, el sustrato y tierra, respectivamente. La red de acoplo variable que permite ajustar la tensión de polarización del sustrato que se mostró en la figura 2.6 puede considerarse en conjunto como una impedancia L-C en paralelo con una capacidad C_{st} . Este circuito equivalente presenta un máximo y un mínimo de impedancia para las condiciones de resonancia y antirresonancia, respectivamente [Lousa97]. Para un valor fijo de L los valores correspondientes de C en la resonancia (C_R) y en la antirresonancia (C_{AR}) son:

$$C_R = \frac{1}{L \cdot \omega^2 - \frac{1}{C_s + C_{st}}} \quad (2.1)$$

$$C_{AR} = \frac{1}{L \cdot \omega^2 - \frac{1}{C_{st}}} \quad (2.2)$$

La corriente de radiofrecuencia que fluye a través del plasma desde el cátodo (I_c) se divide en una parte que se dirige a tierra (I_t) y otra que llega al sustrato (I_s). La corriente que llega al sustrato es máxima para la condición de resonancia de la ecuación (2.1), y en esas condiciones la tensión de polarización del sustrato también es máxima. Para la condición de antirresonancia de la ecuación (2.2) la corriente que llega al sustrato y su tensión de polarización son mínimas. Por lo tanto, modificando el valor de C es posible ajustar la tensión de polarización del sustrato, compensando los efectos de las variaciones de presión a la hora de obtener películas con una cierta orientación preferente.

Como ya se ha explicado anteriormente, es posible controlar externamente la tensión de polarización del sustrato [Lousa97], en lugar de dejar que sean las condiciones de depósito las que fijen una tensión de polarización, ajustando la capacidad de una red de acoplo externa. La figura 2.8 muestra la variación de la tensión de polarización del sustrato (V_s) con dicha capacidad para dos presiones de trabajo diferentes y una concentración de nitrógeno del 30%.

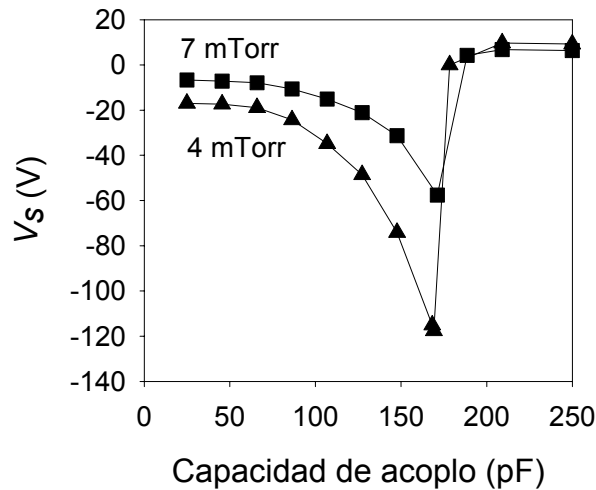


Figura 2.8. Medidas experimentales de la tensión de polarización del sustrato en función de la capacidad de acoplo para dos películas depositadas a presiones distintas, con el 30% de nitrógeno en la descarga y una tensión de cátodo de 1.700 V.

Cuando la capacidad de acoplo es baja la tensión de polarización es prácticamente constante, con un valor muy próximo al que se induce cuando el sustrato está aislado eléctricamente para los mismos valores de la presión y del contenido de nitrógeno. Al aumentar la capacidad V_s alcanza un máximo debido a la resonancia del circuito L-C de la red de acoplo. En este rango de valores de la capacidad la tensión de polarización del sustrato varía de forma monótona, lo cual proporciona un procedimiento para controlar dicho parámetro de forma precisa e independiente de la presión de trabajo utilizada.

2.3. FABRICACIÓN DE DISPOSITIVOS

La fabricación de los filtros consiste en definir los IDTs metálicos sobre la capa de material piezoeléctrico mediante un proceso de fotolitografía. Como metal para los electrodos se ha elegido el cromo, puesto que es un material que no presenta problemas de adherencia y que puede depositarse fácilmente en las instalaciones del Departamento de Tecnología Electrónica mediante pulverización catódica utilizando el sistema Leybold Z550 descrito previamente. Las condiciones de depósito necesarias para obtener películas con un espesor de 1.000 Å, suficiente para poder soldar sobre ellas sin problemas, son:

Tabla 2.II. Condiciones de depósito del cromo.

Blanco:	Cromo
Fuente:	Radiofrecuencia
Portasustratos:	Oscilando a 20 oscilaciones / minuto
Tiempo de predepósito:	5 minutos
Tiempo de depósito:	10 minutos
Flujo de argón:	25 sccm
Potencia incidente:	800 W

Los dispositivos típicos que se han fabricado consisten en un par de electrodos interdigitados de cromo con un espesor de 1.000 Å. Además de utilizarse como técnica

de caracterización del material, también se ha estudiado el comportamiento de los filtros en sí, como se verá en el capítulo 5. Por este motivo se han utilizado electrodos con diferentes geometrías, con el fin de estudiar su influencia en la respuesta de los dispositivos. La figura 2.9 muestra la máscara completa empleada, en la que aparecen las distintas configuraciones y tamaños.

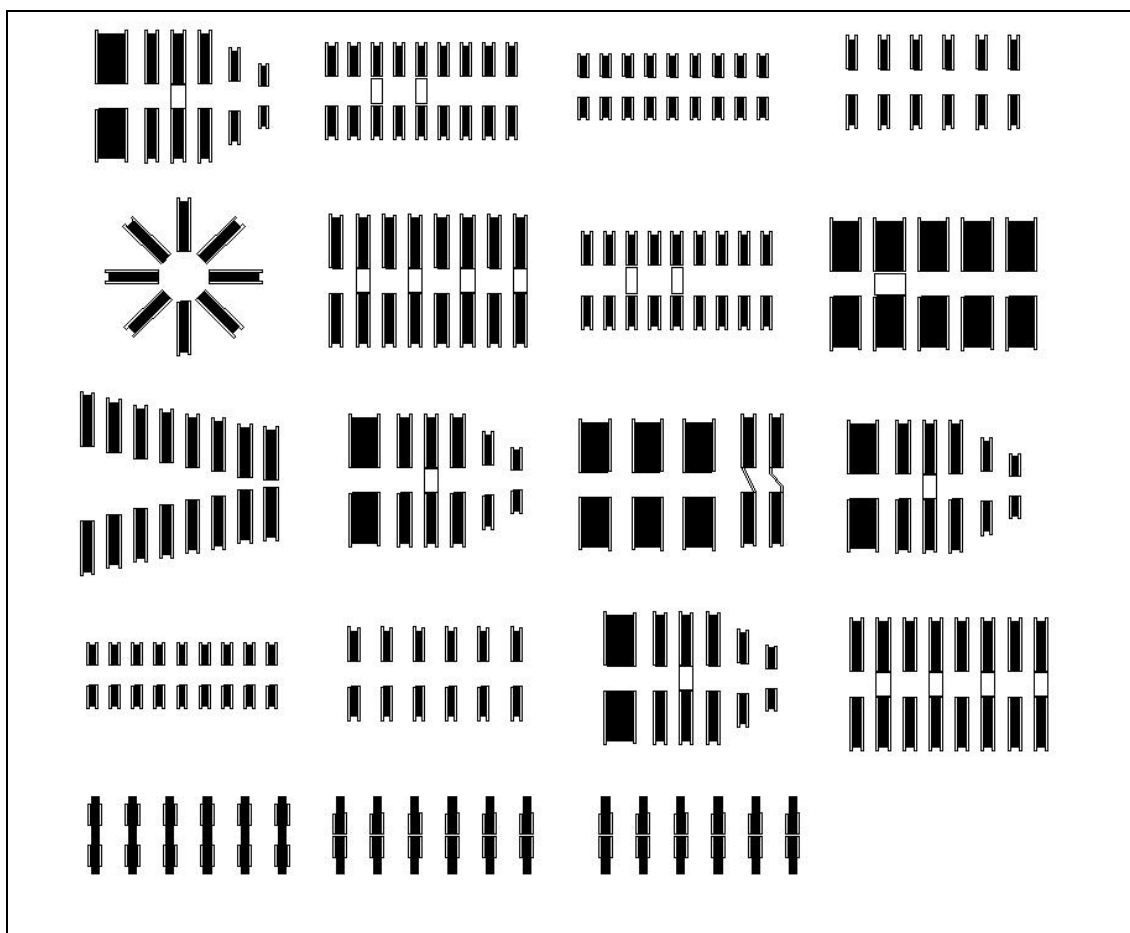
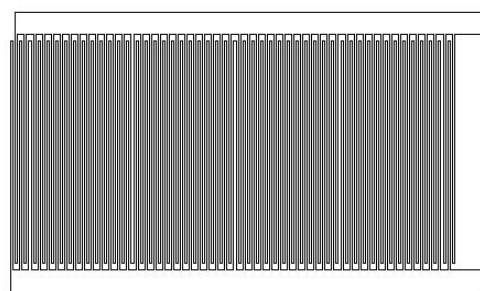
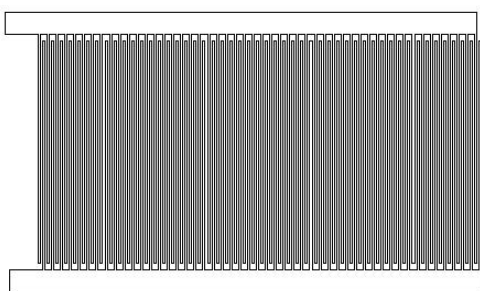
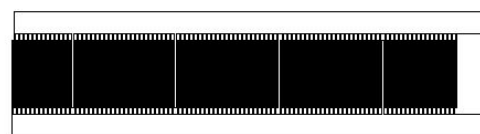
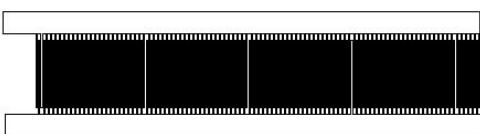


Figura 2.9. Vista general de todas las máscaras.

De todas las configuraciones que aparecen en la figura anterior se han seleccionado para llevar a cabo el estudio las que se muestran en la figura 2.10.a, b y c. Además se ha utilizado otra configuración (figura 2.10.d) existente en otra máscara distinta. Las características de las cuatro configuraciones utilizadas se enumeran en la tabla 2.III.



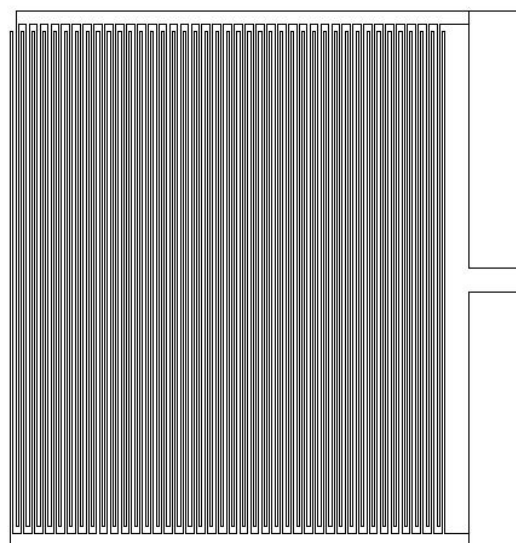
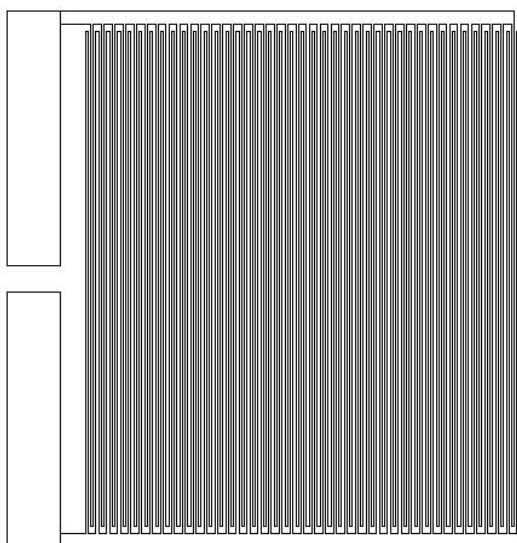
a)



b)



c)



d)

Figura 2.10. Máscaras utilizadas para fabricar los diferentes tipos de IDTs.

Tabla 2.III. Características de las distintas máscaras utilizadas.

Fig.	Número de peines	λ (μm)	Solapamiento entre peines (μm)	Distancia entre los centros (λ)	Nombre de la máscara
2.10.a	50	40	1.000	50	M2-40
2.10.b	100	20	300	100	M2-20
2.10.c	100	12	200	200	M2-12
2.10.d	41	40	1.880	50	M1-40

Los IDTs metálicos se definen mediante un proceso de fotolitografía, en el que se cubre la muestra con una fotorresina que se vuelve soluble o insoluble al ser iluminada a través de una máscara con zonas opacas, según se trate de resina positiva o negativa. El sistema de fotolitografía es un equipo comercial Karl Suss MJB 3 Standard que se encuentra en un recinto independiente de la cámara limpia iluminado por luz amarilla (figura 2.11). El sistema consta de un *spinner* para el depósito de la resina con tiempo y velocidad de giro regulables y de un alineador de contacto.

**Figura 2.11.** Sistema de fotolitografía.

En un proceso de fotolitografía convencional la resina se deposita sobre la capa metálica para proteger unas zonas determinadas frente al ataque de dicho metal. No obstante, con el fin de minimizar los posibles defectos que inevitablemente se

generan durante el proceso, se ha decidido definir el metal de los electrodos utilizando la técnica de *lift-off*. Esta técnica consiste en depositar la capa metálica de los electrodos sobre los motivos definidos en la fotorresina, en vez de debajo de ella, de manera que al eliminar la resina ésta se lleva consigo el metal depositado sobre ella y sólo queda metal en las zonas en las que no había resina. Por este motivo, en el proceso fotolitográfico habrá que conseguir que no quede resina en las zonas de la máscara que corresponden a los peines de los electrodos (es decir, en las zonas opacas). Para ello se ha utilizado una resina reversible, que puede comportarse como una resina del tipo opuesto mediante un procesado específico. Siguiendo este proceso los defectos generados por la posible presencia de partículas depositadas sobre la resina se convierten en zonas sin metal, con lo que se evitan, en gran medida, los cortocircuitos entre los contactos de los IDTs.

La resina utilizada en la fabricación de los filtros SAW es la AZ5214E. Tras depositar la resina sobre la muestra haciendo girar el *spinner* a 4.000 rpm durante 30 segundos se lleva a cabo un primer recocido a 120°C durante un minuto sobre una placa caliente. Posteriormente se ilumina la muestra a través de la máscara que tiene los motivos que se quieren definir durante 5 segundos y, tras realizar un segundo recocido a 120°C durante dos minutos para invertir la resina, se vuelve a iluminar la muestra durante dos minutos y medio sin ningún tipo de máscara. De esta manera las zonas iluminadas durante la primera exposición se polimerizan, haciéndose insolubles en el revelador, mientras que las que no han sido iluminadas se hacen solubles. Por último, se introduce la muestra en el revelador durante unos 30 segundos para eliminar la resina soluble de las zonas correspondientes.

Una vez definidos los peines metálicos, los filtros SAW se inspeccionan mediante microscopía óptica para detectar posibles fallos (cortocircuitos, circuitos abiertos, presencia de partículas extrañas...) Estas observaciones se han llevado a cabo mediante un microscopio óptico Olympus BH-2 como el que aparece en la figura 2.12, que dispone de cuatro lentes con distintos aumentos ($\times 5$, $\times 20$, $\times 50$ y $\times 100$), con el que se consiguen magnificaciones de hasta $\times 1.000$.



Figura 2.12. Foto del microscopio óptico.

Es posible acoplar una máquina de fotos al microscopio para poder obtener imágenes de los dispositivos como la de la figura 2.13.

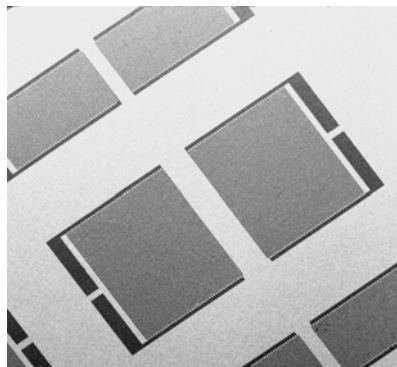


Figura 2.13. Foto de un filtro SAW terminado.

Para poder medir la respuesta de los filtros es necesario montarlos sobre un zócalo especialmente diseñado para ello. Tras cortar la muestra para separar cada uno de los dispositivos fabricados sobre ella se sueldan los contactos de los IDTs a los conectores del zócalo mediante soldadura por ultrasonidos. Con esta técnica, el hilo que se va a soldar es apretado sobre la superficie metálica con fuerza mientras se le aplica un movimiento de frecuencia superior a 20 kHz que permite la aleación en frío de ambos materiales. La máquina utilizada para soldar es una soldadora Karl Suss 4123, que se puede ver en la figura 2.14:



Figura 2.14. Foto de la soldadora por ultrasonidos.

La figura 2.15 muestra una foto de un conjunto de filtros SAW ya terminados y montados sobre el zócalo de medida. Tan sólo uno de ellos está conectado eléctricamente.

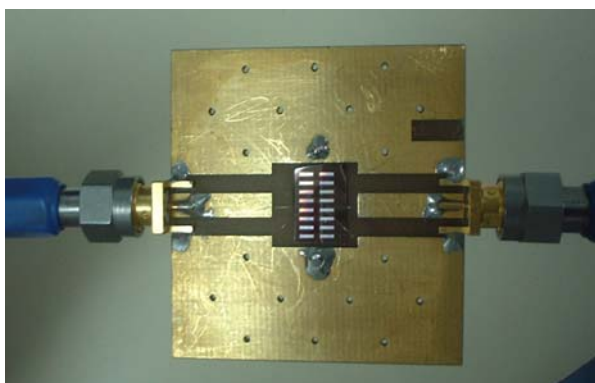


Figura 2.15. Zócalo para medir los dispositivos.

3. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

El nitruro de aluminio que se ha depositado se ha caracterizado tanto desde el punto de vista estructural y cristalográfico como desde el punto de vista piezoeléctrico. Estas tareas de caracterización se han llevado a cabo paralelamente con las tareas de producción del material. De esta manera ha sido posible aplicar la información obtenida a la selección de los parámetros de depósito del AlN para conseguir un material con las propiedades cristalinas y piezoeléctricas óptimas.

Las principales técnicas de caracterización estructural del material que se han utilizado a lo largo del desarrollo de esta tesis han sido la difracción de rayos X (XRD), la espectrofotometría de infrarrojos por transformada de Fourier (FT-IR), las medidas del estrés biaxial de las películas y la espectrometría de iones retrodispersados de Rutherford (RBS). Además, como técnicas de caracterización adicionales se han utilizado el análisis por reacciones atómicas (NRA), la emisión de rayos gamma inducida por protones (PIGE), la microscopía de transmisión de electrones (TEM), la microscopía de fuerzas atómicas (AFM) y la microscopía electrónica de barrido (SEM). Por otra parte, el comportamiento piezoeléctrico del nitruro de aluminio se ha determinado a partir de la medida de la respuesta de filtros de onda acústica en superficie basados en dicho material. A lo largo de este capítulo se describirán todas estas técnicas de caracterización.

3.1. DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La difracción de rayos X (XRD) es una técnica no destructiva de análisis de materiales que se basa en el hecho de que los cristales difractan los rayos X que inciden sobre ellos de una forma que depende de su estructura.

3.1.1. FENÓMENOS DE DIFRACCIÓN

La difracción es un fenómeno relacionado con la forma en la que interactúan dos o más ondas cuyas fases son diferentes debido a la diferencia entre los caminos que recorren [Cullity65]. En el ejemplo de la figura 3.1 se considera que el rayo A, que viaja de izquierda a derecha, está formado por dos componentes iguales, que se muestran debajo. En el frente de onda correspondiente al punto x_1 ambas

componentes están en fase (es decir, sus vectores de campo eléctrico tienen la misma magnitud y la misma dirección en el mismo instante en cualquier punto a lo largo de la dirección de propagación de la onda).

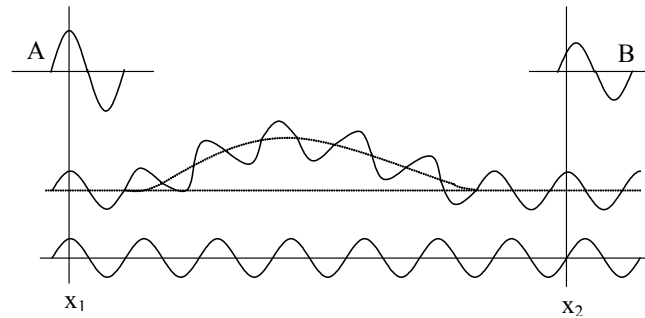


Figura 3.1. Efecto de la diferencia de caminos entre dos rayos en su fase relativa.

Si se consigue desviar de su camino a la primera de estas componentes antes de devolverla a su camino original, mientras que la segunda componente se desplaza en línea recta, al llegar al punto x_2 las dos ondas están desfasadas, y el rayo resultante es B, con amplitud y fase diferentes a las del rayo inicial. Cuanto mayor sea la diferencia de caminos entre las dos ondas mayor será su diferencia de fase, ya que ambos parámetros (expresados en longitudes de onda) coinciden, hasta llegar a un punto en que el desfase sea una longitud de onda completa, en cuyo caso las componentes volverán a estar en fase.

Es posible estudiar la estructura de un cristal teniendo en cuenta cómo éste difracta los rayos X que inciden sobre él. Un material cristalino está formado por átomos distribuidos en planos paralelos, tal como se muestra en la siguiente figura:

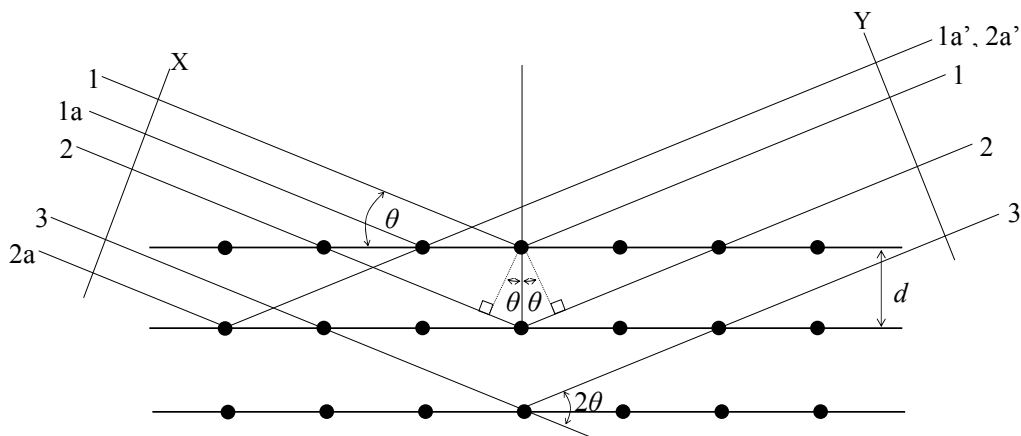


Figura 3.2. Difracción de rayos X por un cristal.

Un rayo difractado puede definirse como un rayo compuesto por un gran número de rayos dispersados que se refuerzan unos a otros. Para el ejemplo de la figura 3.2 el único rayo difractado es el que incide formando un ángulo θ con la superficie de refracción. Los rayos 1 y 1a, que inciden sobre átomos de la primera capa, se dispersan en todas las direcciones, pero son refractados sólo en la dirección en la que los rayos reflejados están totalmente en fase (rayos 1' y 1a'), ya que en ese caso su diferencia de caminos entre los frentes de onda X e Y es cero. De igual forma, todos los rayos que son reflejados por el primer plano de átomos en direcciones paralelas a la 1' están en fase y contribuyen a formar el rayo difractado. Esto ocurre para todos los planos por separado, pero también los rayos dispersados por átomos en distintos planos interactúan entre sí. En el ejemplo de la figura 3.2 la diferencia de caminos para los rayos 1 y 2 es igual a $d \cdot \sin \theta + d \cdot \sin \theta$, siendo d la distancia entre ambos planos de átomos. Para que los rayos difractados 1' y 2' estén completamente en fase esta diferencia de caminos debe ser igual a un número entero de longitudes de onda, lo cual viene expresado por la *ley de Bragg*:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (3.1)$$

donde θ es el ángulo de incidencia del rayo que llega al cristal, d la distancia entre planos de átomos en el cristal y n el orden de difracción, que puede tomar cualquier valor natural y que es igual al número de longitudes de onda en la diferencia de caminos entre rayos difractados por átomos en planos adyacentes. Por lo tanto, para valores fijos de d y λ puede haber distintos ángulos de incidencia que satisfagan la ley de Bragg. Para una refracción de primer orden ($n = 1$) la diferencia de caminos entre los rayos refractados sería una longitud de onda para 1' y 2', dos longitudes de onda para 1' y 3', y así sucesivamente para todos los planos de átomos. Según esto, los rayos difractados por todos los átomos de todos los planos están completamente en fase y se refuerzan unos a otros, mientras que en todas las otras direcciones del espacio los rayos dispersados están desfasados y se anulan debido a interferencias destructivas.

Hasta ahora se ha considerado un rayo difractado como una suma de rayos reflejados por sucesivos planos de átomos dentro del cristal; sin embargo, no se puede decir que un plano de átomos aislado refleja de la misma forma que todo el cristal, pero más débilmente. En realidad, un solo plano daría lugar no sólo al rayo en la dirección 1', sino también a rayos adicionales en otras direcciones. Estos rayos

adicionales no existen precisamente porque sufren una interferencia destructiva con rayos refractados por otros planos del cristal.

El ángulo que se mide experimentalmente no es el ángulo de incidencia θ , sino el que forman el rayo difractado y el transmitido, que es siempre $2\cdot\theta$ y se conoce como *ángulo de difracción*.

3.1.2. DIFRACCIÓN EN CONDICIONES NO IDEALES

En este análisis se ha supuesto que se cumplen las condiciones ideales, a saber, que el cristal es perfecto y que el rayo incidente está compuesto de radiación completamente paralela y monocromática. No obstante, estas condiciones no ocurren en la realidad, y las desviaciones tienen ciertos efectos sobre la difracción. En particular, la forma en la que se produce la interferencia destructiva en todas las direcciones excepto en la del rayo difractado está relacionada con el tamaño del cristal; en el caso de materiales policristalinos con el tamaño de grano.

Según se ha visto, para que dos rayos refractados se refuercen mutuamente deben estar desfasados un número entero de longitudes de onda. Sin embargo, si el ángulo de incidencia θ de la figura 3.2 es tal que la diferencia de caminos entre rayos dispersados por planos adyacentes es sólo una cuarta parte de la longitud de onda, los rayos dispersados no se anularán, sino que simplemente se sumarán para dar lugar a un rayo de menor amplitud que el que resultaría si ambas componentes estuvieran en fase (como se vio en la figura 3.1). Bajo estas condiciones, los rayos dispersados por el primer plano y el segundo plano estarían desfasados $\lambda/4$, al igual que los rayos dispersados por el segundo plano y el tercero, y así sucesivamente. Por lo tanto, los rayos reflejados por los planos 1 y 3 están en oposición de fase y se anulan, al igual que sucede con los rayos de los planos 2 y 4, etc.

Esto es un caso extremo; si el ángulo θ es tal que la diferencia entre los caminos de dos rayos sólo difiere ligeramente de un número entero de longitudes de onda entonces el plano que produce un rayo que anule al dispersado por el primer plano estará situado a cierta profundidad dentro de la estructura. Si el grano es suficientemente pequeño como para que este plano no exista no se producirá una cancelación completa de los rayos no deseados alrededor del ángulo θ_B que satisface

la ley de Bragg (llamado *ángulo de Bragg*). Esto se traduce en un ensanchamiento del pico de difracción alrededor de $2\theta_B$, mayor cuanto menor sea el tamaño de grano en la dirección perpendicular a la superficie de la muestra. La figura 3.3 muestra la diferencia entre el caso ideal y un caso real. La intensidad del pico viene determinada por la cantidad de material con la misma orientación que difracta los rayos para un ángulo concreto y depende, por tanto, del espesor de la película.

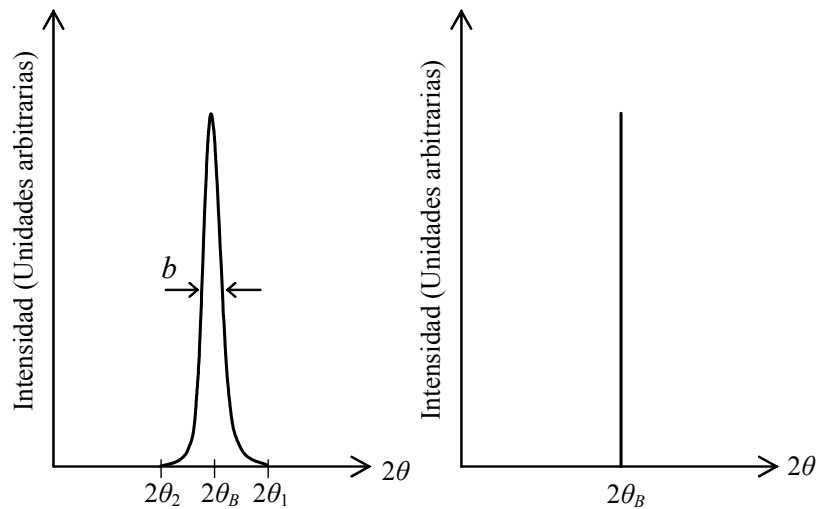


Figura 3.3. Efecto del tamaño de grano en la forma de los picos de difracción. **a)** Caso real. **b)** Caso ideal.

La anchura del pico de difracción (b) se mide, en radianes, a la altura correspondiente a una intensidad igual a la mitad del máximo. Tras un sencillo desarrollo matemático se puede llegar a una expresión que relaciona el ancho del pico con el tamaño de grano (t); esta expresión es conocida como la *fórmula de Scherrer*:

$$t = \frac{0'9 \cdot \lambda}{B \cdot \cos \theta_B} \quad (3.2)$$

Puesto que es imposible conseguir un haz incidente de rayos perfectamente paralelos siempre tiene lugar este fenómeno de difracción a ángulos que no satisfacen exactamente la ley de Bragg. Además, ningún rayo real es estrictamente monocromático; la línea $K\alpha$ superpuesta al espectro continuo tiene de por sí una anchura de $0'001 \text{ \AA}$, lo cual también contribuye a ensanchar el pico de difracción. Esto impone un límite superior para el tamaño de grano que es posible determinar mediante la difracción de

rayos X, ya que para granos grandes el ensanchamiento del pico es suficientemente pequeño como para quedar enmascarado.

Por último, todos los cristales reales tienen una imperfección debida a su estructura de mosaico, que consiste en que los átomos no forman una red perfectamente regular en toda la extensión del cristal, sino formando pequeños bloques ligeramente desorientados entre sí. De esta manera habrá refracción para ángulos separados del ángulo de Bragg hasta una distancia igual al ángulo máximo de desorientación entre los bloques de la estructura de mosaico. Otro efecto de esta estructura es que la intensidad del ángulo refractado será mayor que la esperada teóricamente. Además, un desplazamiento de los cristales fuera de su posición debido a la existencia de estrés en el material también se verá reflejado en la posición de los picos de los difractogramas.

De todo lo que se ha dicho hasta ahora se deduce que los difractogramas de difracción de rayos X para sólidos cristalinos (intensidad frente a $2\cdot\theta$) tendrán un valor nulo excepto para valores concretos de $2\cdot\theta$, en los que habrá picos estrechos e intensos, cuya posición, altura y anchura se pueden relacionar con las distancias interplanares, los tamaños de grano y la deformación que sufre el material.

3.1.3. AJUSTE DE LOS PICOS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Como se indicó en el apartado 3.1.2, el ensanchamiento de los picos tiene una componente debida a las propiedades cristalinas del material, así como una componente instrumental propia del difractómetro. Por lo tanto, los picos serán el resultado de la convolución de picos correspondientes a estas dos componentes. Para ajustar estos picos de difracción se han propuesto distintas funciones de forma; los métodos clásicos se basan en combinaciones de gaussianas o lorentzianas. Los materiales sometidos a deformaciones grandes presentan un ensanchamiento predominantemente gaussiano, mientras que si la deformación es pequeña el ensanchamiento es lorentziano y está relacionado con el tamaño de los microcristales. Actualmente la función de forma más utilizada en el análisis de los picos de difracción de rayos X es la función de Voigt, que es la convolución de una gaussiana $G(\theta)$ y otra lorentziana $L(\theta)$, ambas caracterizadas por su anchura integral b y su anchura total a mitad del valor máximo $2\cdot\omega$ [De Keijser82]. Sin embargo, esta función tiene el

inconveniente de que requiere cálculos complicados que dificultan el ajuste automático de los picos de difracción. Por este motivo es frecuente utilizar una función de pseudo-Voigt, que proporciona un buen ajuste de los picos y es mucho más fácil de calcular, y que se define como la suma ponderada de una función gaussiana y otra lorentziana:

$$pV(\theta) = I_0 \cdot [L(\theta) + G(\theta)] \quad (3.3)$$

siendo

$$\left. \begin{aligned} L(\theta) &= \eta \cdot \left(\frac{1}{1 + \frac{\pi^2 \cdot \theta^2}{\beta_L^2}} \right) \\ G(\theta) &= (1 - \eta) \cdot \exp \left\{ \frac{-\pi \cdot \theta^2}{\beta_G^2} \right\} \end{aligned} \right\} 0 \leq \eta \leq 1 \quad (3.4)$$

donde β_L y β_G son las anchuras integrales de la lorentziana y la gaussiana, respectivamente, I_0 es la intensidad máxima en $\theta = 0$ y η es la fracción de componente lorentziana. Una vez ajustado un pico de difracción mediante una función de pseudo-Voigt es conveniente relacionar los parámetros obtenidos con los de una función de Voigt, que son los que tienen significado físico. Comúnmente se establece esta relación haciendo $2 \cdot \omega_L = 2 \cdot \omega_G = 2 \cdot \omega$ (donde $2 \cdot \omega$ es la anchura total a mitad del máximo de la función de Voigt). Como cualquier función de forma viene caracterizada unívocamente por el cociente entre $2 \cdot \omega$ y β se fuerza que

$$\left(\frac{2 \cdot \omega}{\beta} \right)^V \equiv \left(\frac{2 \cdot \omega}{\beta} \right)^{pV} \quad (3.5)$$

ajustando la relación entre los parámetros correspondientes a la función de Voigt respecto a la de la función de pseudo-Voigt.

A partir de esta hipótesis [De Keijser83] se pueden establecer las siguientes relaciones numéricas:

$$\frac{\beta_L}{\beta} = l_0 + l_1 \cdot \eta + l_2 \cdot \eta^2 \quad (3.6)$$

$$\frac{\beta_G}{\beta} = g_0 + g_{1/2} \cdot (1 + g \cdot \eta)^{1/2} + g_1 \cdot \eta + g_2 \cdot \eta^2 \quad (3.7)$$

donde $l_0 = 0'017475$, $l_1 = 1'500484$, $l_2 = -0'534156$, $g_0 = 0'184446$, $g_{1/2} = 0'812692$, $g_1 = -0'659603$, $g_2 = 0'445542$ y $g = -0'998497$.

Al realizar una medida de difracción de rayos X primero hay que ajustar con una función de pseudo-Voigt la función instrumental midiendo la reflexión de un monocristal conocido, en este caso una oblea de silicio, de manera que se puedan calcular las anchuras integrales gaussiana ($\beta_{G,Si}$) y lorentziana ($\beta_{L,Si}$) de dicha función instrumental. A continuación se ajusta con otra función de pseudo-Voigt cada pico de difracción del material que se quiere estudiar, en este caso el nitruro de aluminio, y se obtienen las anchuras integrales $\beta_{G,AlN}$ y $\beta_{L,AlN}$. A partir de estos valores se pueden calcular las anchuras integrales netas mediante las ecuaciones

$$\beta_G = \sqrt{\beta_{AlN,G}^2 - \beta_{Si,G}^2} \quad (3.8)$$

$$\beta_L = \beta_{AlN,L} - \beta_{Si,L} \quad (3.9)$$

β_G proporciona una medida de la microdeformación del material (ε), mientras que β_L da información sobre el tamaño de grano (D) a través de

$$\varepsilon = \frac{\beta_G(\theta)}{2 \cdot \tan \theta} \quad (3.10)$$

$$D = \frac{\lambda}{2 \cdot \beta_L(\theta) \cdot \cos \theta} \quad (3.11)$$

Los difractogramas $\theta/2 \cdot \theta$ que se han medido tienen el eje de abscisas en unidades θ , no en unidades $2 \cdot \theta$, por lo que ha sido necesario corregir estas expresiones en un factor de 2 a partir de las que se encuentran normalmente en la bibliografía.

3.1.4. DIAGRAMA DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X DEL NITRURO DE ALUMINIO HEXAGONAL

El diagrama de polvo de un material es el difractograma de rayos X que se obtiene al analizar con un rayo de rayos X monocromáticos un material cristalino reducido a polvo, de manera que cada partícula de dicho polvo es un pequeño cristal con una orientación aleatoria y libre de cualquier estrés. De este modo es posible obtener un difractograma de rayos X en el que aparezcan las reflexiones correspondientes a todos los planos de difracción posibles. Al llevar a cabo una medida de este tipo para el nitruro de aluminio hexagonal, con $\lambda = 1'5406 \text{ \AA}$ (correspondiente al pico más intenso del doblete $K\alpha$ del cobre), se obtiene un diagrama de polvo que presenta los picos que aparecen en la figura 3.4:

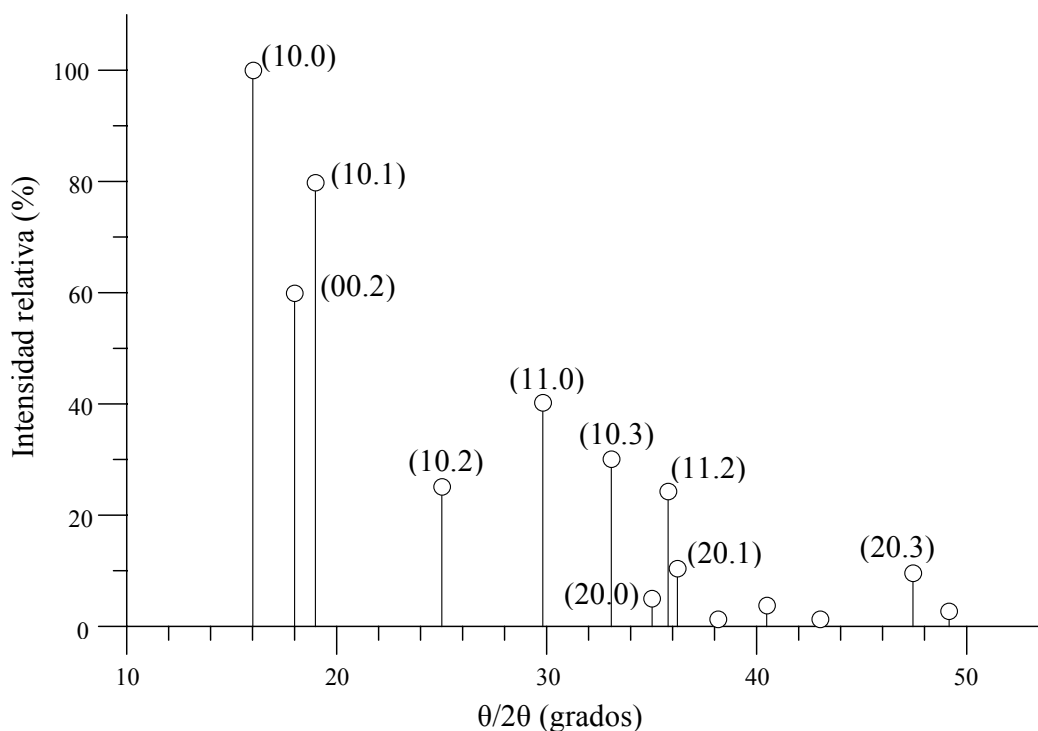


Figura 3.4. Picos del diagrama de polvo correspondiente al nitruro de aluminio hexagonal [JCPDS-ICDD94].

Las medidas experimentales de tipo $\theta/2\theta$ (en las que el ángulo de incidencia es igual al ángulo de reflexión) se han llevado a cabo por lo general en el margen de ángulos de Bragg de 14° a 40° (aunque en ocasiones se ha medido en márgenes más o menos amplios), lo cual ha permitido detectar los picos correspondientes a las reflexiones (10.1), (00.2), (10.2) y (10.3). Los picos del resto de las reflexiones que

entran dentro del margen de ángulos medido no se han apreciado en las muestras analizadas. Como se mencionó en el apartado 3.1.2, el hecho de que las películas sufran una deformación debida al estrés se traduce en un desplazamiento de los picos del difractograma a partir de su posición teórica. Cuando los cristales de una película tienden a estar orientados alrededor de una dirección dada se dice que el material tiene textura u orientación preferente alrededor de dicha dirección.

También se han llevado a cabo medidas de la *rocking-curve* correspondiente a la reflexión (00.2), que consisten en rotar la muestra dentro de un margen de ángulos dado. Este método permite medir la distribución angular de los cristales desorientados, puesto que sólo se detectan los planos paralelos al plano perpendicular al de incidencia. El ancho del pico obtenido, medido a la mitad de su altura, proporciona información sobre la desviación entre el plano medido y la superficie, por lo que da una idea sobre el grado de orientación de los cristales alrededor de la dirección perpendicular a la superficie de la muestra: cuanto menor sea el ancho de esta *rocking-curve*, mayor será la orientación de los cristales alrededor de la dirección perpendicular a la superficie.

3.1.5. MEDIDAS EXPERIMENTALES

Las medidas de difracción de rayos X se han llevado a cabo con un difractómetro de alta resolución modelo D3 de la firma Bede Scientific Instruments (ver figura 3.5), utilizando el doblete $K\alpha$ del cobre. Dicho doblete es un pico del espectro emitido por el tubo de rayos X (característico del material del que esté hecho) formado por dos líneas muy próximas entre sí ($K\alpha_1$ y $K\alpha_2$), y tan intenso que permite considerar al tubo de rayos X como una fuente de radiación monocromática. La radiación emitida por el tubo de rayos X se ha colimado utilizando una rendija con una anchura de 300 μm , mientras que la anchura de la rendija que se encuentra a la entrada del detector es de 1'1 mm. En lugar de usar un monocromador, se ha utilizado como filtro una lámina de níquel con un espesor de 15 μm colocada entre la muestra y el detector para eliminar la radiación $K\beta$ del cobre, que es otra línea característica del espectro de rayos X de dicho material que se encuentra próxima al doblete $K\alpha$ que se ha usado para las medidas. Para alinear las muestras se ha utilizado la reflexión 004 del sustrato de silicio (100), tras lo cual ha sido necesario compensar el ángulo de

incidencia unos $0'5^\circ$ para reducir el resto de la radiación reflejada por el sustrato, disminuyendo el ruido de fondo de las medidas.



Figura 3.5. Difractómetro Bede D3.

Los picos correspondientes a los planos (00.2), (10.1), (10.2) y (10.3) del nitruro de aluminio aparecen teóricamente para ángulos de $18'0200^\circ$, $18'9663^\circ$, $24'9086^\circ$ y $33'0235^\circ$, respectivamente; estos valores se han calculado teniendo en cuenta los parámetros de red del nitruro de aluminio ($a = 3'112 \text{ \AA}$ y $c = 4'980 \text{ \AA}$) y la longitud de onda del haz ($\lambda = 1'5406 \text{ \AA}$).

En la figura 3.6 se muestran varios ejemplos experimentales de difractogramas de rayos X de muestras de nitruro de aluminio con diferentes orientaciones. Con el fin de poder representar todos los ejemplos con la misma escala no se han elegido difractogramas con picos muy intensos, aunque se han llegado a obtener muestras de nitruro de aluminio con orientación pura (00.2) que presentan picos con una intensidad de hasta 10.000 cuentas.

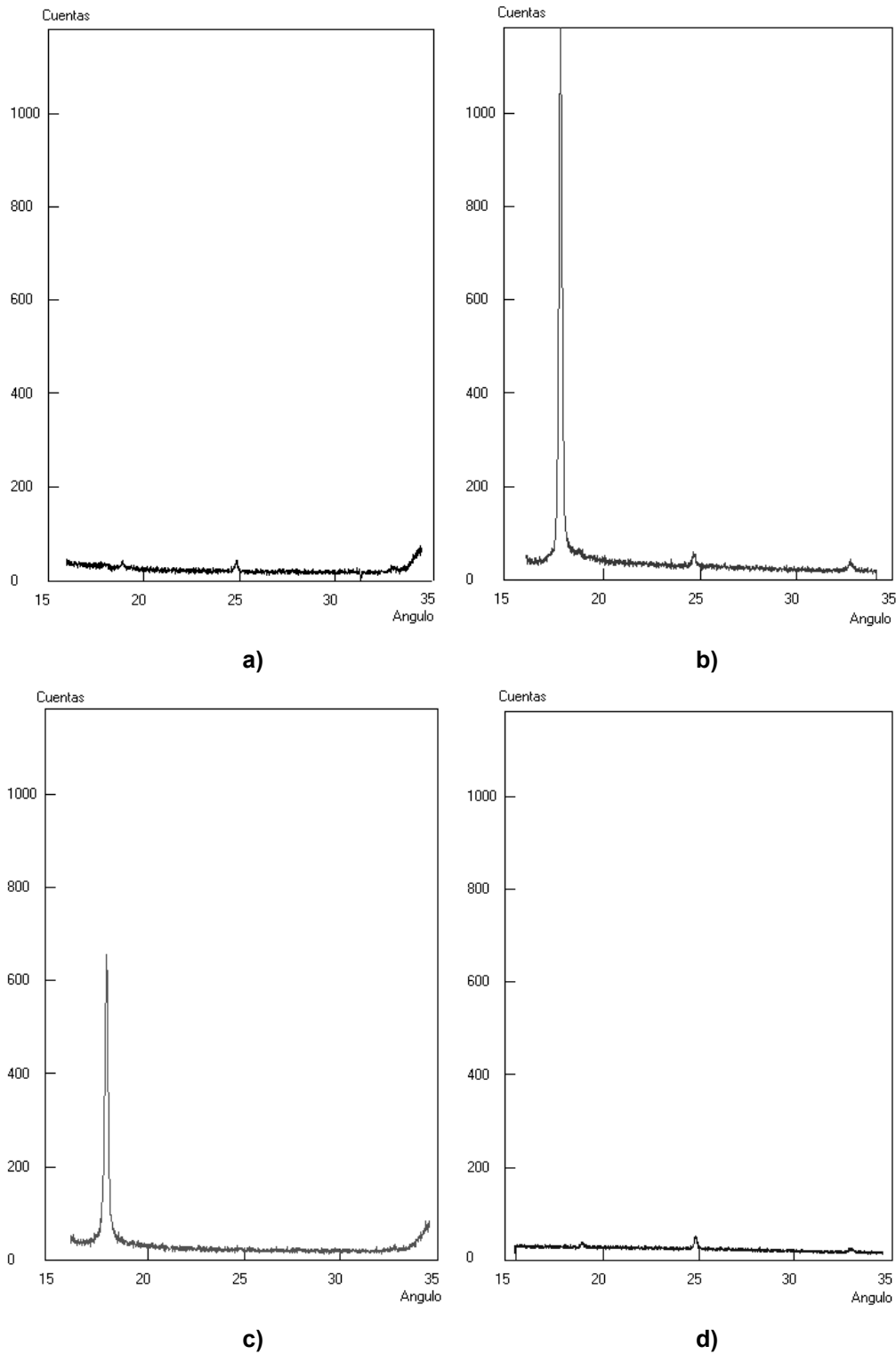


Figura 3.6. Típicos difractogramas de rayos X experimentales: **a)** Muestra con pequeños picos (00.2), (10.1), (10.2) y (10.3), **b)** Muestra con orientación preferente (00.2) pero con pequeños picos de las orientaciones (10.2) y (10.3), **c)** Muestra con orientación pura (00.2) y **d)** Muestra con picos (10.1), (10.2) y (10.3) pero sin pico (00.2).

La figura 3.7 muestra un ejemplo típico del ajuste de un difractograma de rayos X medido. Cada uno de los picos presentes en el difractograma se ajusta por separado utilizando el método descrito en el apartado 3.1.3. Las dos funciones de pseudo-Voigt utilizadas para los ajustes aparecen en azul y verde, mientras que los datos experimentales son las líneas negras y los ajustes las líneas rojas.

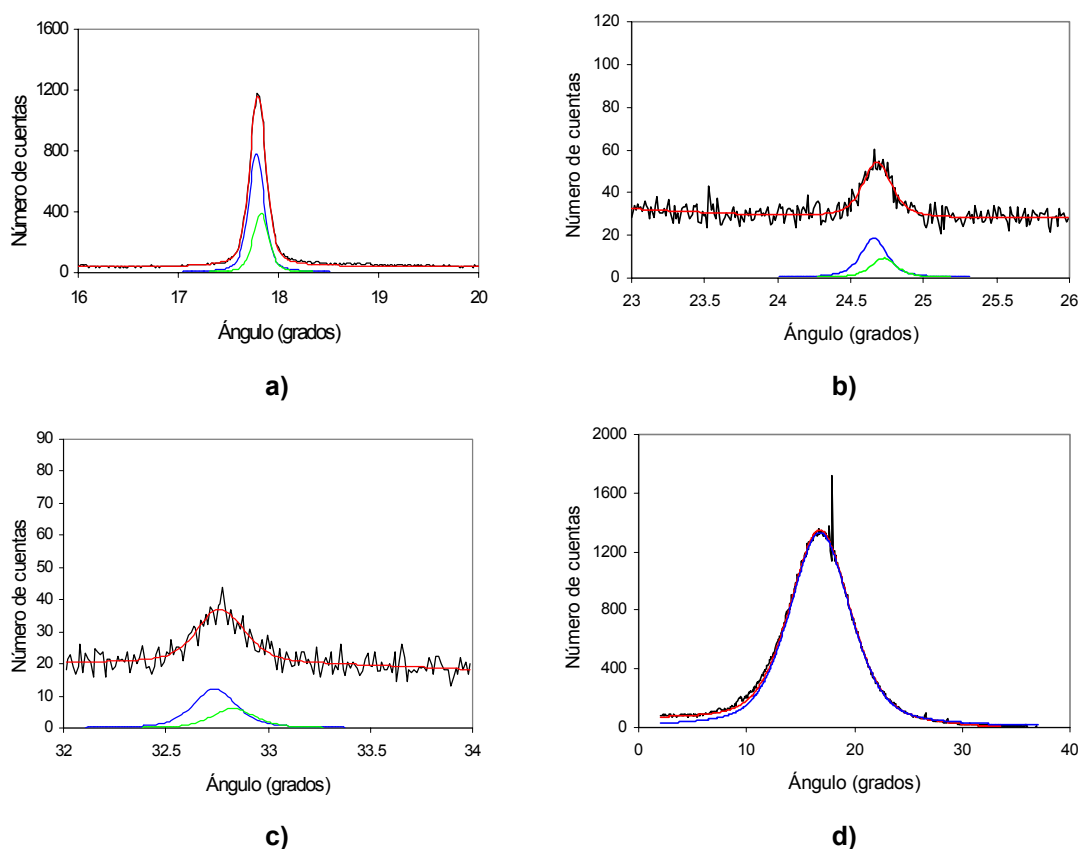


Figura 3.7. Ajuste de los picos del difractograma de rayos X de una muestra con orientaciones mezcladas. **a)** Pico (00.2) **b)** Pico (10.2) **c)** Pico (10.3) **d)** *Rocking-curve* alrededor de la dirección (00.2).

Como puede comprobarse, el ejemplo concreto al que corresponde la figura anterior presenta un pico (00.2) con una altura de unas 1.200 cuentas situado en $17^{\circ}80'$, cuya *rocking-curve* tiene una anchura a mitad de altura de $6^{\circ}7'$, un pico (10.2) de unas 25 cuentas (sobre el nivel de ruido) en $24^{\circ}7'$ y un pico (10.2) con una altura aproximada de 17 cuentas (sobre el nivel de ruido) centrado en $32^{\circ}8'$. La diferencia entre las posiciones de los picos obtenidas y los valores teóricos mencionados anteriormente se debe al estrés de los granos del material depositado. La figura 3.8, por su parte, muestra las *rocking-curves* alrededor de la dirección (00.2) correspondientes

a dos muestras de AlN con una calidad cristalina muy diferente. El ancho de una de ellas (la más alta) es de unos $2'5^\circ$, mientras que el de la otra (la más baja) es aproximadamente de 8° .

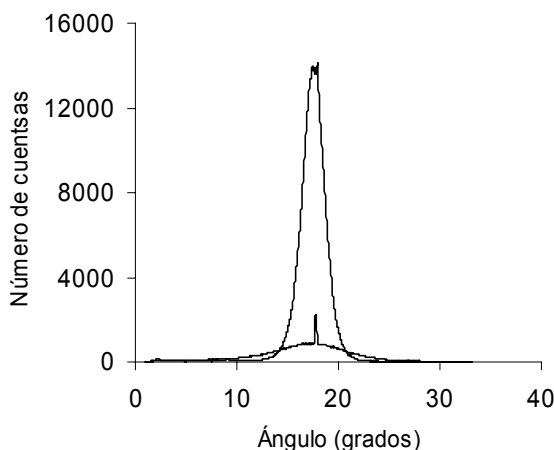


Figura 3.8. Ejemplos típicos de *rocking-curve*.

3.2. ESPECTROFOTOMETRÍA DE INFRARROJOS POR TRANSFORMADA DE FOURIER

La espectrofotometría de infrarrojos por transformada de Fourier (FT-IR) es una técnica no destructiva ampliamente utilizada en la caracterización de materiales en forma de película delgada, que se basa en la absorción de fotones por los modos de vibración de los átomos enlazados en un sólido al hacer incidir sobre él un rayo de luz con una longitud de onda concreta en el rango del infrarrojo medio. Esta absorción se produce si la diferencia de electronegatividad entre los distintos átomos de la molécula es apreciable, y tiene lugar para unas frecuencias características que dependen del modo de vibración de los enlaces y del entorno químico, ya que para que un enlace absorba un fotón (o lo emita, como es el caso de la espectroscopía Raman) es necesario que la frecuencia de la luz incidente coincida con la frecuencia de vibración del enlace. Por lo tanto, la posición y la intensidad de las bandas de absorción en el infrarrojo obtenidas permiten, en teoría, identificar los enlaces, determinar su estructura y estimar su concentración. Se han realizado dos tipos de medidas, basadas respectivamente en la obtención de los espectros de transmisión y de reflexión de la muestra cuando se hace incidir un haz de luz infrarroja sobre ella. Se

han utilizado las medidas de reflectancia sólo en los casos en los que la película de nitruro de aluminio se encuentra sobre un sustrato metálico, puesto que en ese caso no es posible obtener información a partir de las medidas de transmitancia, ya que el metal refleja toda la señal que llega a él.

Para llevar a cabo las medidas de FT-IR se ha calculando la transformada de Fourier del interferograma medido en un interferómetro con la posición de uno de sus espejos variable, en vez de utilizar el método clásico de espectroscopía dispersiva. Un interferómetro tiene varias ventajas respecto a un instrumento de medida clásico dispersivo. Para empezar, todas las frecuencias se miden simultáneamente, en vez de consecutivamente, lo cual permite obtener espectros completos con una gran rapidez; a esto se le llama *ventaja de Fellgett*. La *ventaja de Connes* está relacionada con la precisión de las medidas; la escala de frecuencias de un interferómetro se obtiene a partir del láser antes mencionado, que actúa como referencia interna en cada barrido. Puesto que la frecuencia de este láser es conocida con una gran precisión y muy estable, la calibración de la escala de frecuencias es mucho más precisa y tiene una estabilidad mucho mayor a largo plazo que la correspondiente a instrumentos dispersivos. Por último, la *ventaja Jacquinot* consiste en que, para una resolución dada, el flujo de energía a través del interferómetro puede ser mayor que en un espectrómetro dispersivo, al no estar limitado por las rendijas de salida que limitan el tamaño y el ancho de banda del haz. Esto, unido a la primera de las ventajas mencionadas, conduce a la capacidad de un espectrofotómetro FT-IR para conseguir la misma relación señal a ruido en un tiempo mucho más corto que en el caso de un instrumento dispersivo convencional.

3.2.1. TÉCNICA DE MEDIDA

El espectrómetro por transformada de Fourier típico consiste básicamente en un interferómetro de Michelson con uno de sus espejos móvil y en una fuente de radiación infrarroja de banda ancha [Perkowitz93]. El haz luminoso llega a un divisor que lo separa en dos componentes de energía similar; una se refleja hacia un espejo fijo, mientras que la otra se transmite hacia el espejo móvil que oscila alrededor de una posición de referencia (sustituyendo así a la dispersión en frecuencias propia de la espectroscopía clásica). El esquema de un espectrofotómetro, con las dos configuraciones utilizadas, se muestra en la siguiente figura:

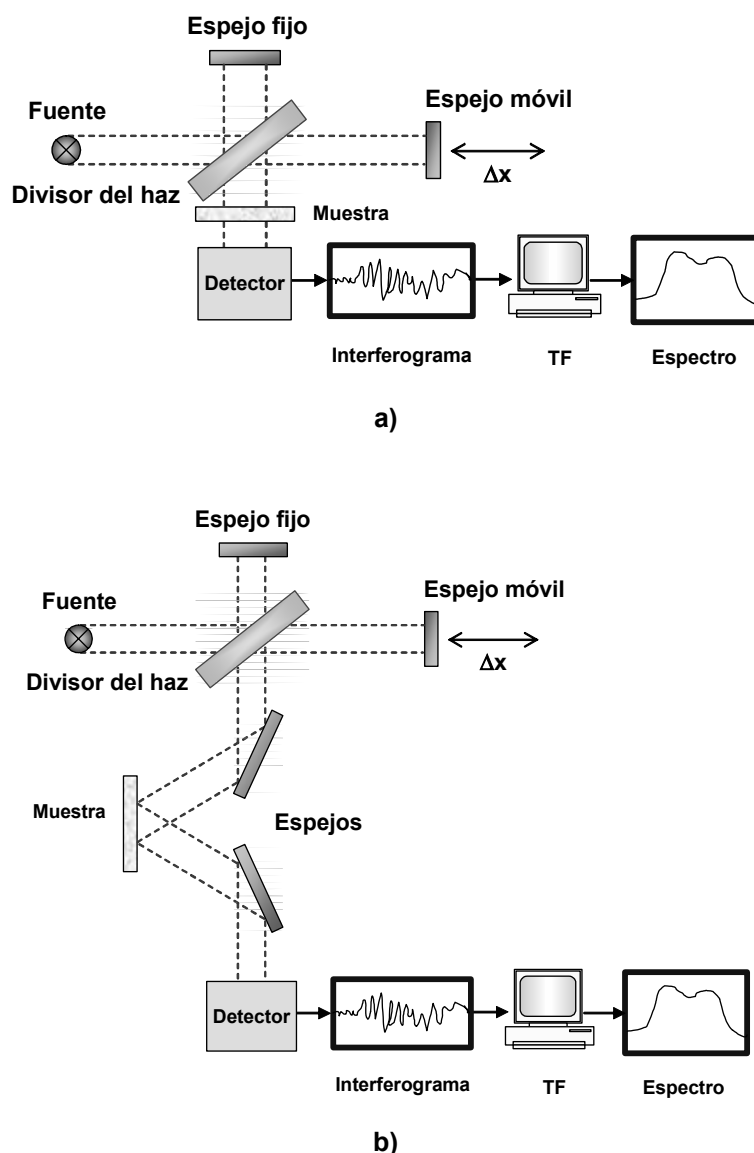


Figura 3.9. Esquema de un espectrofotómetro de FT-IR para medidas **a)** de transmisión, y **b)** de reflexión.

En función de la posición relativa del espejo móvil respecto del fijo los dos haces presentarán una diferencia de caminos ópticos que dará lugar a interferencias constructivas o destructivas para cada longitud de onda. Cada longitud de onda del espectro de emisión de la fuente es modulada por el desplazamiento del espejo móvil en una senoide, con máximos en los puntos en los que ambos rayos están completamente en fase y mínimos cuando están en oposición de fase. El patrón de interferencia total es la suma de todas las sinusoides correspondientes a cada una de las frecuencias presentes en el espectro de emisión. Esta señal atraviesa la muestra (en el caso de las medidas de transmisión) o se refleja en ella (en las medidas de

reflexión) y llega al detector; la señal registrada (interferograma) es la intensidad del haz en función del desplazamiento del espejo móvil. Finalmente, el interferograma se convierte en un espectro de frecuencias mediante la transformada de Fourier [Ferrero89].

En primer lugar se debe medir el espectro de la fuente luminosa para poder normalizar las medidas posteriores. Para ello, en el caso de las medidas de transmisión se realiza una medida sin colocar ninguna muestra en el camino del haz (de forma que toda la luz incidente es transmitida por completo). A continuación se lleva a cabo la medida de la luz que atraviesa la muestra, y se repite este proceso con un sustrato, de manera que se pueda eliminar su contribución a la medida total y se pueda obtener el espectro correspondiente sólo a la película que se desea analizar. El proceso es el que se muestra a continuación [Hernández98]:

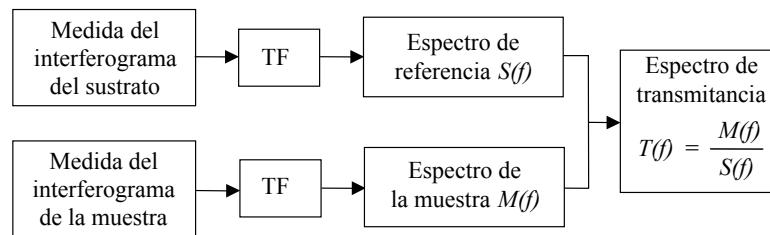


Figura 3.10. Esquema del proceso de adquisición de datos en medidas de transmisión.

Estas medidas proporcionan un espectro de transmitancia, que es el cociente entre la intensidad de la luz tras atravesar la muestra y la intensidad de la luz inicial. Sin embargo, se suele trabajar con absorbancia; ambas magnitudes están relacionadas según

$$T = e^{-A} \quad (3.12)$$

donde T es la transmitancia y A la absorbancia. Si las intensidades de la luz que llega a la muestra y de la luz que la atraviesa son, respectivamente, $I_0(\lambda)$ e $I_1(\lambda)$, y suponiendo que la reflectancia es despreciable, se puede escribir que

$$I_1(\lambda) = I_0(\lambda) \cdot e^{-A} \quad (3.13)$$

La cantidad de luz que es absorbida por el material depende del espesor que ha atravesado la luz hasta entonces, por lo que, además de depender de las características del material, la absorbancia depende también de su espesor t :

$$A = \alpha \cdot t \quad (3.14)$$

En esta ecuación, α es el coeficiente de absorción, independiente de la cantidad de material y, por tanto, característico de éste. Entonces, la relación entre $I_1(\lambda)$ e $I_0(\lambda)$ será

$$I_1(\lambda) = I_0(\lambda) \cdot e^{-\alpha \cdot t} \quad (3.15)$$

Este último razonamiento no es del todo correcto, puesto que la reflectancia no puede considerarse despreciable en este caso. Sin embargo, la normalización de la absorbancia al espesor sí es un método adecuado para comparar distintas muestras, ya que de una muestra a otra la reflectancia es muy similar y no depende del espesor.

La señal debe ser muestreada a intervalos precisos que correspondan con incrementos iguales en la diferencia de caminos ópticos. Con el fin de poder promediar la señal obtenida en interferogramas sucesivos, ésta tiene que medirse siempre en los mismos puntos; para conseguirlo se utiliza como referencia un láser de helio y neón. La luz de este láser recorre el mismo camino óptico que el haz de luz infrarroja, hasta llegar a un detector que da una señal sinusoidal que se usa para disparar el muestreo de la señal infrarroja.

En las medidas de reflexión el calibrado del sistema de medida se realiza haciendo incidir el haz de luz infrarroja sobre un espejo de aluminio que refleja, aproximadamente, toda la luz que llega a él. A continuación se lleva a cabo el proceso de medida según el esquema presentado en la figura 3.11:

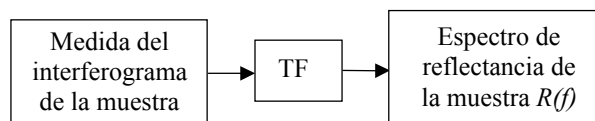


Figura 3.11. Esquema del proceso de adquisición de datos en medidas de reflexión.

En este caso no es necesario medir el interferograma del sustrato, ya que la señal que se analiza es la reflejada en la superficie de la muestra (es decir, la señal incidente menos la señal absorbida). Sin embargo, en el espectro de reflectancia obtenido aparecen componentes debidas a la señal que se refleja en las intercaras entre las distintas capas de las que consta la muestra, que también contienen información sobre la señal que se ha transmitido a través de la capa de nitruro de aluminio.

3.2.2. MEDIDAS EXPERIMENTALES

El espectrofotómetro utilizado para llevar a cabo las medidas es un Nicolet 5-PC FTIR, que se muestra en la figura 3.12. La figura 3.13 muestra el interior del espectrofotómetro.



Figura 3.12. Foto del espectrofotómetro de FT-IR.



Figura 3.13. Interior del espectrofotómetro de FT-IR.

3.2.2.1. Tratamiento de los datos experimentales de transmisión

La luz incide sobre la muestra en dirección normal a su superficie en el rango de 400 a 4.000 cm^{-1} , con una resolución espectral de 4 cm^{-1} . En primer lugar hay que transformar el espectro de transmitancia obtenido en un espectro de absorbancia:

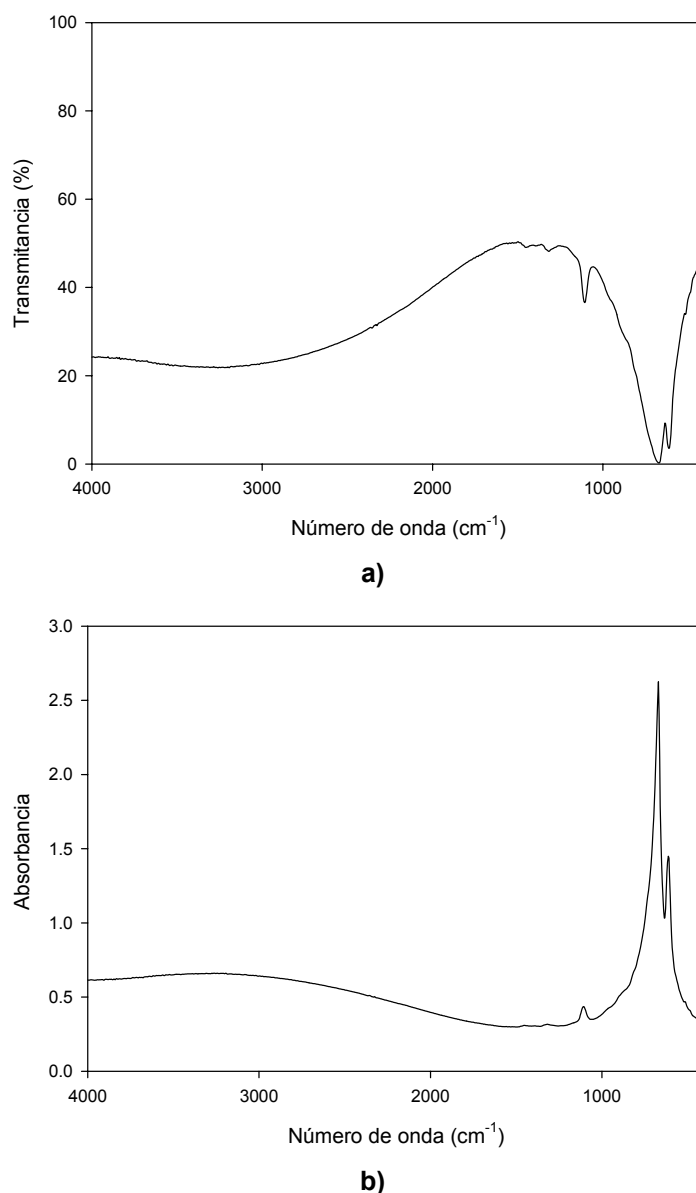


Figura 3.14. Espectros de transmisión de una muestra de AlN sobre silicio: **a)** transmitancia y **b)** absorbancia.

El espectro obtenido incluye tanto la absorbancia debida a la película de nitruro de aluminio como la debida al sustrato de silicio. Por lo tanto, como ya se ha

mencionado anteriormente, para poder analizar el espectro de la película será necesario restar el espectro correspondiente al sustrato, que es el que se muestra en la figura 3.15 para un caso típico de una oblea de silicio crecida por zona flotante:

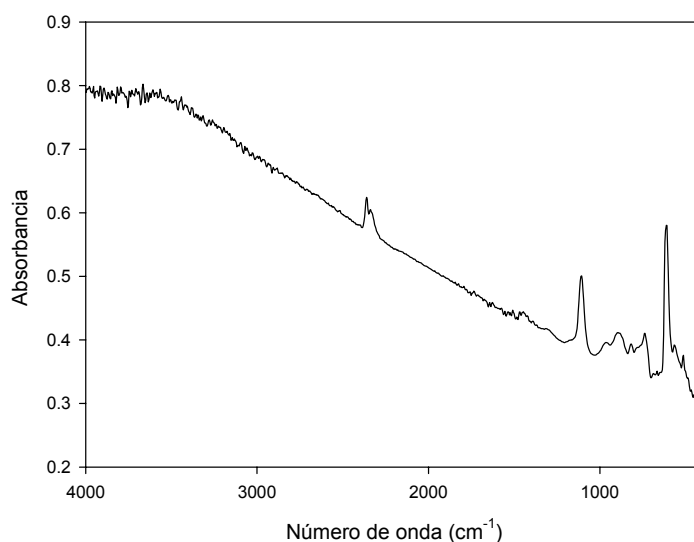


Figura 3.15. Espectro de absorción del sustrato de silicio.

Tras restar ambos espectros se obtiene el espectro de absorción específico para el nitruro de aluminio, que se ajusta mediante dos curvas lorentzianas, como se explicará a continuación. Para que dicho ajuste pueda llevarse a cabo es necesario ajustar antes la línea de base de los espectros, como se muestra en la figura 3.16.

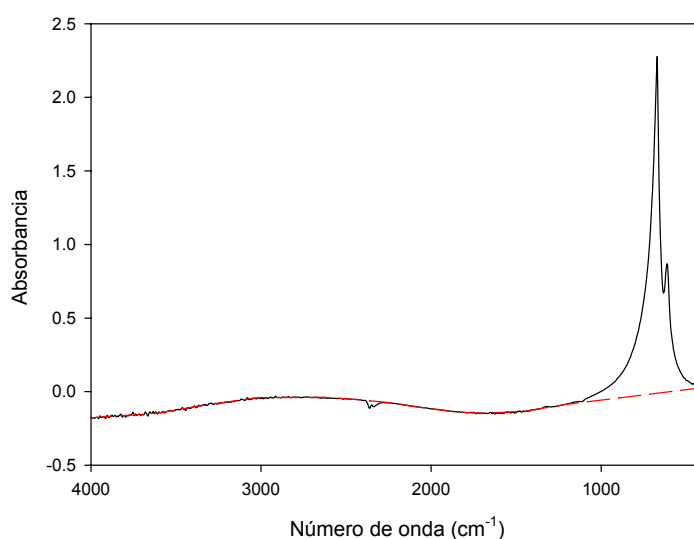


Figura 3.16. Ajuste de la línea de base del espectro de absorción del AlN.

Una vez llevadas a cabo las medidas de FT-IR con el procedimiento mencionado y tratados los datos, los espectros obtenidos para las películas de nitruro de aluminio policristalino tienen el aspecto que se muestra a continuación:

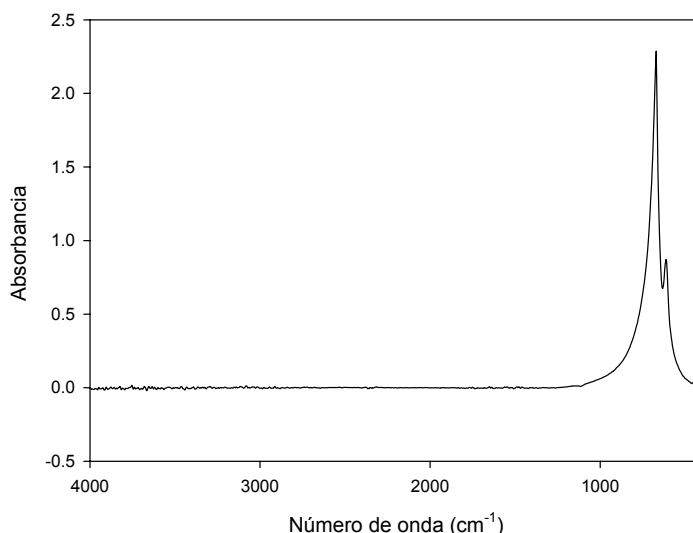
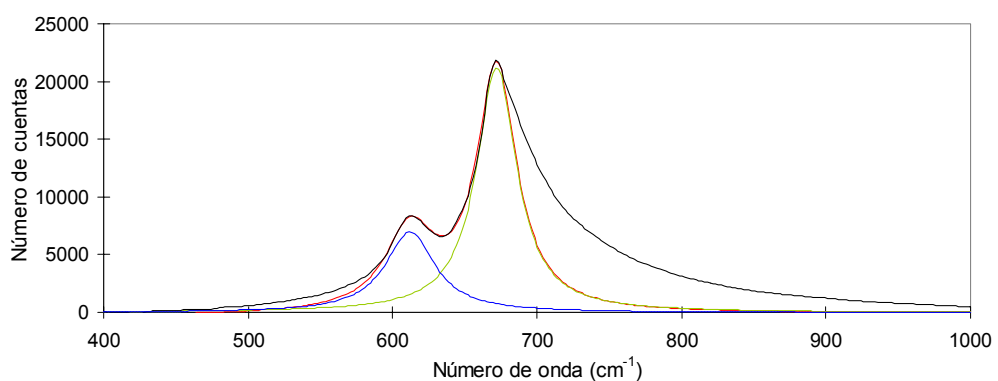


Figura 3.17. Espectro de absorción del nitruro de aluminio.

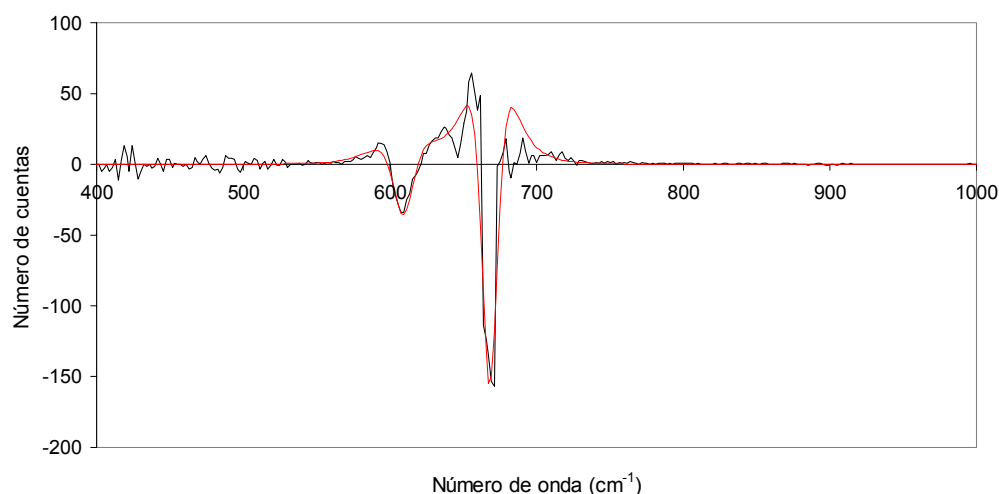
En el espectro de FT-IR pueden observarse dos picos situados aproximadamente en torno a 672 cm^{-1} y a 612 cm^{-1} . Dichos picos corresponden a los modos transversales ópticos $E_1(\text{TO})$ y $A_1(\text{TO})$ del nitruro de aluminio hexagonal, respectivamente [Davydov98], [Prokofyeva01], relacionados con los dos tipos de enlace entre el nitrógeno y el aluminio presentes en la molécula [Pastrňák69], [Randriamora97]. En el apartado 4.1.5 se estudiará el origen de dichos picos y se verá cómo la relación entre ellos proporciona información de interés sobre el material.

El estudio de los espectros de FT-IR se ha realizado ajustando por mínimos cuadrados las curvas obtenidas mediante dos curvas lorentzianas. Aunque puede observarse un ensanchamiento asimétrico en el lado de alta energía del pico correspondiente al modo $E_1(\text{TO})$, que se ha atribuido a modos multifonón [Collins67], dicha asimetría no ha sido tomada en cuenta a la hora de realizar los ajustes con lorentzianas. Como ya se ha comentado (ver ecuación (3.15)), la relación entre las intensidades de la luz que incide sobre la muestra y la que la atraviesa depende del espesor de la película de nitruro de aluminio. Por lo tanto, para poder comparar entre sí espectros de FT-IR correspondientes a láminas con distinto espesor será necesario normalizar las medidas respecto al espesor de cada lámina.

La relación de aspecto de los dos picos del espectro no es constante en todas las muestras analizadas. Por este motivo, en algunas de ellas el pico correspondiente al modo A1(TO) es suficientemente bajo como para quedar prácticamente enmascarado por el pico del modo E1(TO). En este caso se ha utilizado como apoyo la segunda derivada de la curva medida, en la que aparece claramente la posición de cada uno de los picos. La figura 3.18 muestra uno de los espectros de absorción medidos, junto con su segunda derivada (aunque en este caso es posible determinar la posición de ambos picos sin recurrir a ella). Los datos experimentales están representados en negro, mientras que el ajuste se representa en rojo. Además, la figura 3.18.a muestra, en verde y azul, las dos lorentzianas que dan el ajuste.



a)



b)

Figura 3.18. a) Ajuste del espectro de absorción de infrarrojos de una muestra de nitruro de aluminio **y b)** segunda derivada del espectro.

A partir de estas curvas es posible determinar la posición, la altura y la anchura (medida a mitad de la altura máxima) de las bandas de absorción. La altura del pico da una idea de la cantidad de enlaces que absorben luz, y su posición indica la energía a la que se produce la absorción, mientras que la anchura del pico indica la dispersión respecto a dicha energía.

3.2.2.2. Tratamiento de los datos experimentales de reflexión

Como ya se ha comentado, en este tipo de medidas la señal que se analiza es la que se refleja en la superficie de la muestra. Para ello se hace incidir el haz con un ángulo de incidencia de 30° , y se mide el rayo reflejado en el rango de 400 cm^{-1} a 4.000 cm^{-1} . La forma de la curva obtenida depende del tipo de sustrato. En la figura 3.19 se muestra un espectro medido en una lámina de nitruro de aluminio depositada sobre un sustrato de platino, en forma de reflectancia (cociente entre la luz reflejada y la luz incidente):

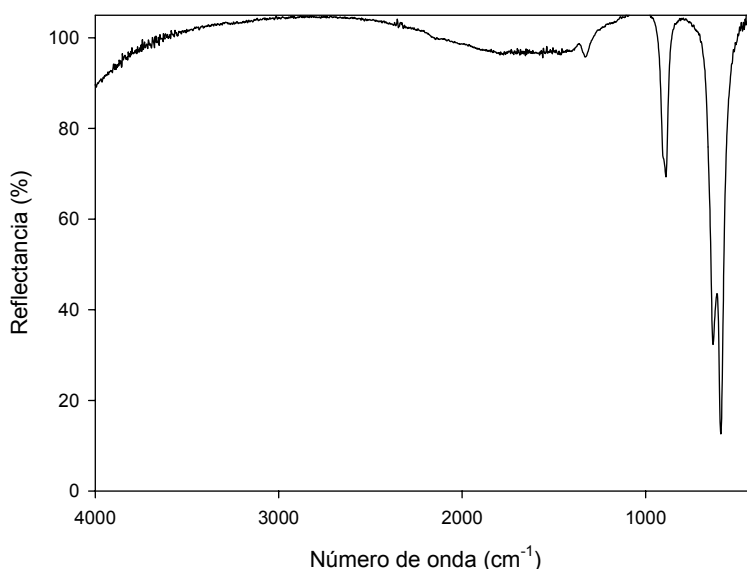


Figura 3.19. Espectro de reflexión en forma de reflectancia de una película de AlN depositada sobre platino.

Al igual que en el caso de las medidas de transmisión, hay que pasar a unidades de absorbancia los espectros obtenidos a partir de las medidas de reflectancia para poder eliminar la línea de base y analizar la forma de las bandas. La

figura 3.20 muestra el ajuste de la línea de base necesario para obtener el espectro final de la figura 3.21:

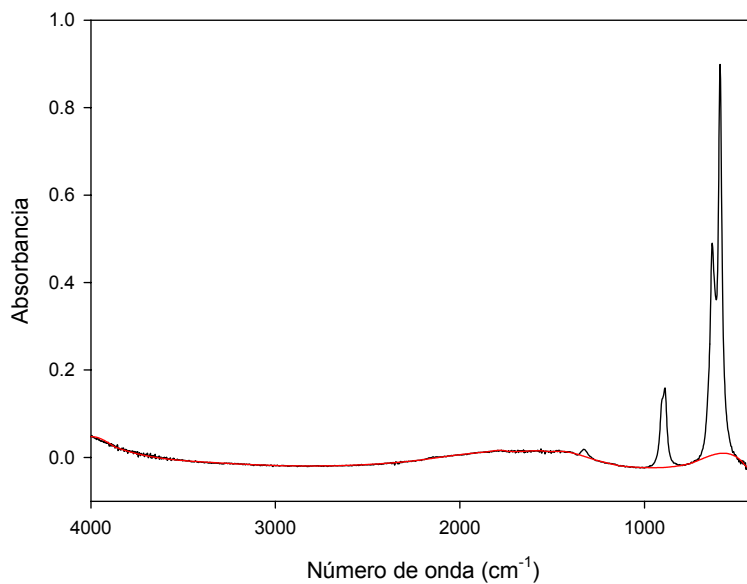


Figura 3.20. Ajuste de la línea de base del espectro de reflexión en forma de absorbancia de una muestra de AlN depositada sobre platino.

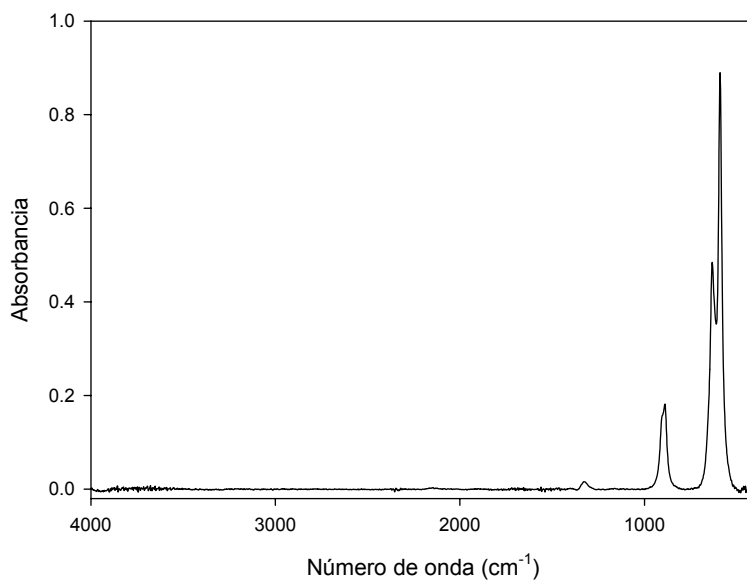
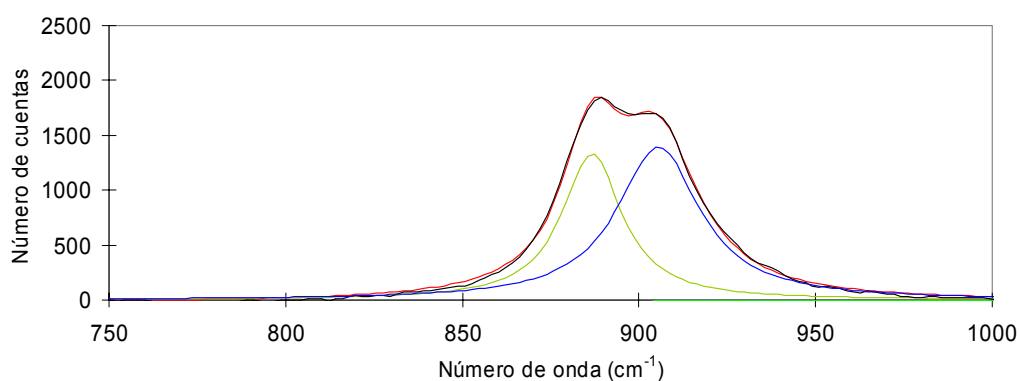


Figura 3.21. Espectro final de las medidas de reflexión del nitruro de aluminio depositado sobre platino.

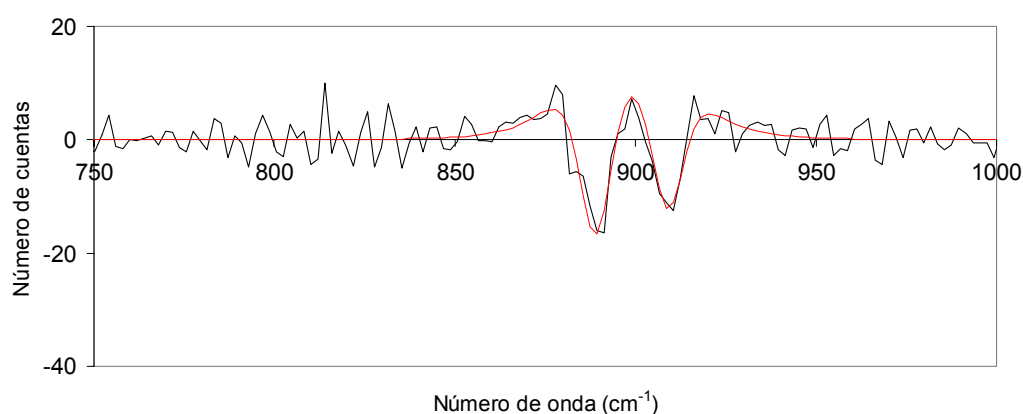
La luz que se refleja en la muestra está compuesta tanto por la que se refleja en su superficie como por la que se refleja en la intercara entre la capa de nitruro de aluminio y el sustrato [Hobert99]. Debido al carácter polar del AlN existe un desdoblamiento de los modos de vibración que origina una banda de reflexión amplia llamada reflexión *reststrahlen*, descrita, por ejemplo, en [Hou00, Feng01, Ng05], sobre la que se superponen las bandas de interés. Esta reflexión depende tanto de las propiedades ópticas del AlN como de las del sustrato. No obstante, como ya se ha comentado, las medidas de reflexión de infrarrojos se han utilizado sólo como técnica complementaria cuando el nitruro de aluminio está depositado sobre un metal. En este caso, debido al alto índice de refracción del metal, no aparece la mencionada reflexión *reststrahlen*, lo cual simplifica en gran medida el ajuste de los espectros obtenidos.

En el espectro final de la figura 3.21 se pueden observar unos picos en las mismas longitudes de onda que los picos que aparecen en las medidas de transmisión, correspondientes a los modos E1(TO) y A1(TO). Estos picos se deben a que parte de la señal que es transmitida a través de la lámina de nitruro de aluminio se refleja en la intercara entre ella y el sustrato y también es detectada. La gran intensidad de estos picos en los ejemplos concretos de las figuras 3.19 – 3.21 se debe a que la lámina de platino sobre la que está depositado el AlN refleja toda la señal que llega a ella.

Además de estos picos correspondientes a los modos transversales ópticos (que pueden verse con luz con polarización tanto paralela como normal al plano de incidencia), cuando se utiliza luz con polarización paralela al plano de incidencia es posible detectar también otros picos correspondientes a los modos longitudinales ópticos [Mändl04]. El pico correspondiente al modo A1(LO) del AlN aparece en una zona cercana a los 895 cm^{-1} [Hobert99, Link99], y se ha observado que además aparece un segundo pico debido al modo E1(LO) alrededor de 905 cm^{-1} . Los espectros obtenidos se han ajustado mediante dos lorentzianas de la misma forma que en las medidas de transmisión (los datos experimentales están representados en negro, mientras que el ajuste que dan las lorentzianas verde y azul se representa en rojo). Al igual que en el caso de las medidas de transmisión, en el apartado 4.1.5 se explicará la forma en la que estas medidas pueden utilizarse para determinar la calidad cristalina del nitruro de aluminio.



a)



b)

Figura 3.22. a) Ajuste del espectro de absorción de infrarrojos de una muestra de nitruro de aluminio y b) segunda derivada del espectro.

3.3. MEDIDA DEL ESTRÉS BIAxIAL

3.3.1. ESTRÉS EN UNA PELÍCULA

Una película policristalina es un sistema heterogéneo en el que además de los granos cristalinos, que pueden tener orientaciones diferentes, existen zonas con gran desorden llamadas fronteras de grano. Durante el crecimiento del material se pueden producir tensiones mecánicas debido a la existencia de un sustrato bajo la película que

impide que ésta se encuentre totalmente relajada. Esto genera un estrés biaxial en la película, independientemente de la posible diferencia entre su parámetro de red y el del sustrato, que también provoca la aparición de un estrés biaxial. Este estrés macroscópico del conjunto de la muestra (incluyendo las zonas de material desordenado) no debe confundirse con el estrés en cada grano que, como ya se ha visto, puede determinarse por técnicas como la difracción de rayos X o la espectrofotometría de infrarrojos por transformada de Fourier, mientras que el estrés biaxial puede medirse mediante un perfilómetro u otras técnicas.

El estrés mecánico T puede definirse como la fuerza aplicada por unidad de área transversal a la superficie de la muestra. Su origen se debe a que el tamaño de la lámina sería diferente de no venir fijado por el sustrato sobre el que se ha depositado el material, por lo cual la lámina se encuentra tensada o comprimida respecto a su estado de relajación. Este estrés está relacionado con la deformación producida en el material S a través del módulo de Young c según la *ley de Hooke*, que viene dada por la ecuación:

$$T = c \cdot S \quad (3.16)$$

Por lo tanto, midiendo la deformación sufrida por el sustrato al depositar sobre él una película de nitruro de aluminio se puede conocer el estrés biaxial al que está sometido el material, como se explicará a continuación.

Esta deformación puede medirse utilizando distintas técnicas, como la interferometría óptica, la esferometría o midiendo el perfil de la muestra con un perfilómetro. Esta última es la técnica utilizada en este trabajo.

3.3.2. PERFILOMETRÍA

La técnica de perfilometría consiste en barrer con una aguja muy ligera la superficie de la muestra y registrar la posición vertical de dicha aguja. El esquema de un perfilómetro es el que se muestra a continuación:

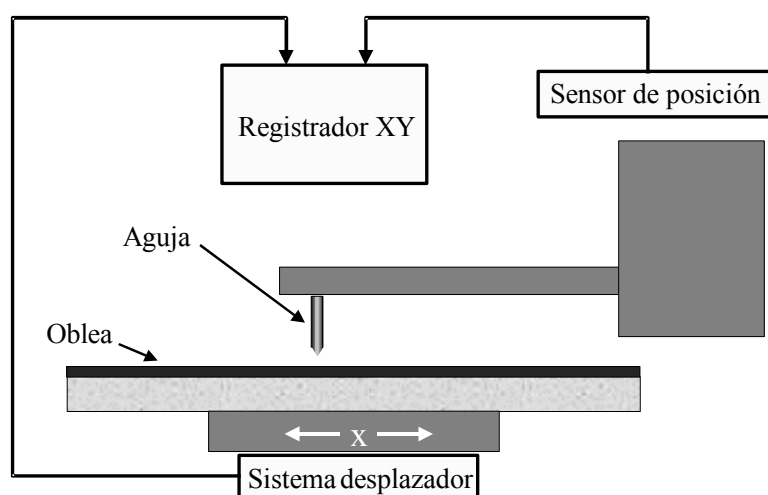


Figura 3.23. Esquema de un perfilómetro

La punta de la aguja tiene un diámetro de unas pocas micras, y ejerce sobre la superficie de la muestra una fuerza entre 10 y 40 mg. Los movimientos verticales de la aguja son multiplicados mecánicamente con un brazo pivotante y detectados por un sensor electromecánico. La precisión de las medidas es de unos pocos Angströms, aunque su exactitud depende de algunos factores ambientales como la temperatura y la humedad. El sistema de desplazamiento de la oblea está motorizado, y normalmente se controla a través un ordenador. Esta técnica también permite medir rugosidades, altura de escalones, distancia entre escalones (anchos de pista, separación entre pistas, etc.)

3.3.3. MEDIDAS EXPERIMENTALES

Para llevar a cabo las medidas se ha utilizado un perfilómetro semiautomático Sloan Dektak³ con precisión de 3 Å y reproducibilidad de 10 Å. El perfilómetro dispone de una cámara de vídeo para poder colocar con precisión la oblea bajo la aguja, y está conectado a un ordenador que permite tratar el perfil obtenido entre dos puntos del recorrido de la aguja. La figura siguiente muestra el perfilómetro utilizado.



Figura 3.24. Foto del perfilómetro Sloan Dektak³.

El programa de ordenador que controla el funcionamiento del perfilómetro permite seleccionar distintos parámetros de medida, como la velocidad y la longitud del barrido de la aguja. El procedimiento de medida consiste en hacer un barrido de la superficie de la muestra en su zona central con una longitud de 5 mm. Al igualar las posiciones verticales de los puntos extremos del recorrido se obtiene un perfil de la superficie de la muestra que da una medida de la deformación que sufre. La figura siguiente muestra el aspecto típico de una medida hecha con el perfilómetro:

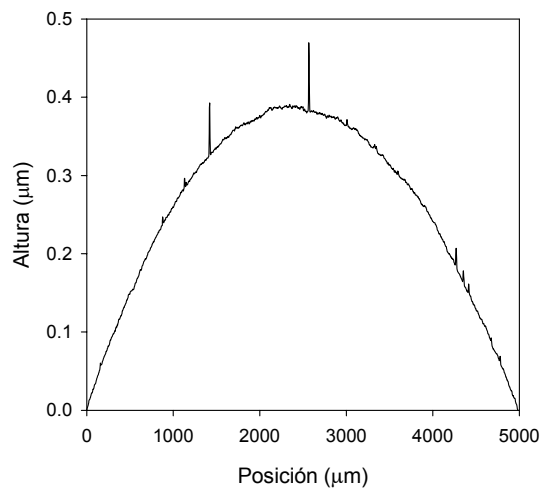


Figura 3.25. Medida típica de la curvatura de una muestra llevada a cabo con el perfilómetro.

Para calcular el estrés debido a la película de nitruro de aluminio hay que comparar las curvaturas de la muestra antes y después del depósito de dicha película. La curvatura de la muestra viene dada por el radio de una circunferencia que se ajusta a la curva obtenida con el perfilómetro. Conocidos los espesores y el módulo de Young del sustrato y del nitruro de aluminio es posible obtener los valores tanto de la

deformación como del estrés biaxial de la película [Stoney09]. El estrés que ejerce sobre el sustrato la película depositada sobre él viene dado por

$$T = \frac{c_s \cdot e_s^2}{6 \cdot e_{AIN}} \cdot \left(\frac{1}{R_d} - \frac{1}{R_a} \right) \quad (3.17)$$

donde e_s y e_{AIN} son los espesores del sustrato y de la película de nitruro de aluminio, y R_a y R_d los radios de curvatura antes y después del depósito de la película. Por último, c_s es el módulo de Young del sustrato, que vale 180'5 GPa para el silicio (100) [Dubois99b]. Conocido este estrés es posible calcular, a través de la ley de Hooke dada en la ecuación (3.16), la deformación sufrida por la película de nitruro de aluminio:

$$S = \frac{T}{c_{AIN}} \quad (3.18)$$

siendo c_{AIN} el módulo de Young del nitruro de aluminio, cuyo valor es de 345 GPa (ver tabla 1.1).

El espesor de la película de nitruro de aluminio, necesario para poder calcular el estrés, también se ha determinado a través de la técnica de perfilometría. El procedimiento seguido consiste en la colocación de una máscara mecánica sobre la muestra durante el proceso de depósito de forma que, una vez retirada, queda definido un escalón cuya altura da el espesor de la película.

3.4. ESPECTROMETRÍA DE IONES RETRODISPERSADOS DE RUTHERFORD

3.4.1. FENÓMENOS DE RETRODISPERSIÓN

La espectrometría de iones retrodispersados de Rutherford (RBS) es una técnica de alta sensibilidad de carácter no destructivo, basada en las colisiones entre

los núcleos de los átomos, que permite determinar las concentraciones y la masa atómica de los elementos presentes en una muestra en función de la profundidad a la que se encuentran respecto de su superficie. Los análisis de RBS proporcionan información cuantitativa sobre la muestra, sin necesidad de tener que utilizar otra de referencia.

Esta técnica consiste en hacer incidir sobre la muestra un haz de iones ligeros compuesto por un solo tipo de partículas con una energía E_0 del orden del MeV. Al chocar con átomos de la muestra situados a distintas profundidades, parte de estas partículas son retrodispersadas elásticamente. Estos iones retrodispersados inciden sobre un detector que envía una señal eléctrica (que depende de la energía de los iones que llegan al detector) a un analizador multicanal; los distintos canales del analizador están asociados a energías determinadas. La figura 3.26 muestra el esquema de un experimento de medida:

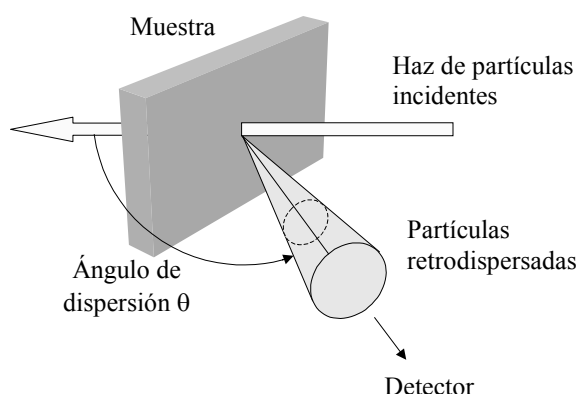


Figura 3.26. Esquema de un experimento de obtención de espectros de RBS.

El espectro de RBS se obtiene al representar el número de iones retrodispersados en función de la energía con la que llegan al detector, que depende del elemento con el que han colisionado al chocar con la muestra y de la profundidad a la que ha tenido lugar la colisión. Por lo tanto, el análisis del espectro de energías permite determinar el perfil en profundidad de las concentraciones de los distintos elementos presentes en la muestra. Además, conociendo la densidad de las películas, estas medidas permiten también determinar su espesor.

Puesto que en el choque de las partículas del haz con los átomos de la muestra hay una cierta transferencia de energía, los iones retrodispersados tendrán

una energía menor que su energía inicial E_0 . Se define el factor cinemático K como el cociente entre la energía del ión incidente y la del ión retrodispersado [Chu78], que para un átomo de la muestra de masa m_2 puede expresarse como:

$$K_{m_2} = \frac{E_0}{E} = \left(\frac{\sqrt{1 - \sin^2 \theta \cdot \left(\frac{m_1}{m_2}\right)^2} + \frac{m_1}{m_2} \cdot \cos \theta}{1 + \frac{m_1}{m_2}} \right)^2 \quad (3.19)$$

donde m_1 y m_2 son las masas del proyectil incidente y del átomo con el que choca éste y θ es el ángulo de dispersión (que puede verse en la figura 3.26). Según esta expresión, una vez fijadas las condiciones del experimento de medida (energía y masa de las partículas incidentes y ángulo de dispersión) la energía de las partículas retrodispersadas sólo depende de la masa de los átomos dispersores. Puede comprobarse que para cualquier combinación de masas el valor del factor cinemático es mínimo cuando el ángulo θ vale 180° , por lo que éste sería el ángulo más conveniente para colocar el detector. Sin embargo, en ese caso el detector se encontraría obstruyendo el camino de las partículas incidentes, así que en la práctica se suele colocar el detector formando un ángulo menor que 180° pero próximo a dicha posición.

Para que los iones que chocan con la muestra sufran una colisión elástica es necesario que el átomo de la muestra sea más pesado que el propio ión que choca con él. Por este motivo no es posible detectar por RBS elementos más ligeros que los iones que bombardean la muestra, así que normalmente el haz de iones está compuesto por un elemento ligero como el hidrógeno o el helio. La transferencia de momento en la colisión de una partícula con un átomo de la muestra es mayor cuanto más ligero sea dicho átomo, por lo que la separación entre las energías de partículas retrodispersadas será mayor cuanto más ligero sea el átomo contra el que han chocado [Chu78]. Debido a esto, la resolución de la técnica de RBS es mejor cuando se trata de diferenciar elementos ligeros que cuando se trata de diferenciar elementos pesados.

Cuando se llevan a cabo medidas de RBS de películas delgadas se obtienen espectros en los que es posible identificar tanto la superficie de la muestra como las

intercaras entre las distintas capas. Además, cuando una película está formada por un compuesto el espectro resultante contiene una señal para cada uno de sus elementos, lo cual permite calcular la composición atómica de la película.

3.4.2. MEDIDAS EXPERIMENTALES

Las medidas de las películas de nitruro de aluminio se han llevado a cabo en el acelerador tándem de 3 MV del Centro Nacional de Aceleradores (CNA) de Sevilla. Esta herramienta acelera protones, partículas alfa y una gran variedad de otros iones mediante la aplicación de una diferencia de potencial elevada. Los iones se obtienen en dos fuentes distintas, una de radiofrecuencia (ALPHATROSS) y otra de bombardeo con cesio (SNICS II). El haz de iones ${}^4\text{He}^{2+}$ con una energía de 2'21 MeV empleado en las medidas llevadas a cabo se conduce mediante un sistema de inyección hasta el tanque del acelerador, que puede verse en la siguiente figura:



Figura 3.27. Tanque del acelerador tándem del CNA.

En este tanque se genera, por transporte mecánico de carga, una diferencia de potencial muy elevada que produce la aceleración de los iones. El haz de iones acelerado se transporta en vacío mediante imanes y lentes magnéticas hasta una de las siete salidas de un imán selector, donde se dispone de cámaras de dispersión y de los detectores necesarios para la realización de los experimentos y las medidas, como puede verse en la figura 3.28:



Figura 3.28. Líneas experimentales a la salida del tanque del acelerador.

La siguiente figura [García López00] muestra un esquema de la habitación que contiene el sistema de aceleración y las líneas experimentales.

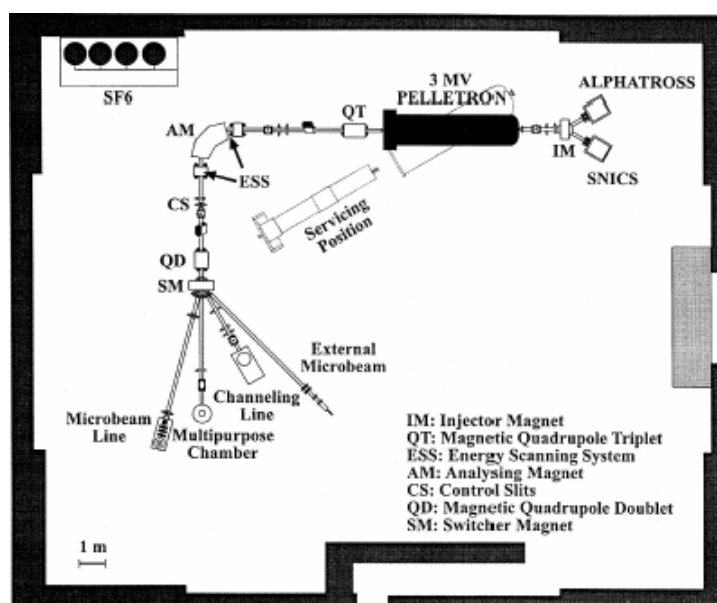


Figura 3.29. Esquema del sistema de aceleración.

A través de los experimentos de RBS se han analizado la cantidad total, la proporción y la distribución en profundidad de los átomos de aluminio y nitrógeno en las muestras. Esta técnica permite medir cómodamente bajas concentraciones de argón, puesto que la señal correspondiente no tiene fondo, por lo que también se ha analizado la presencia de esta impureza mediante RBS, colocando el detector en un

ángulo de 165° . La siguiente figura muestra un espectro de RBS típico de una de las muestras de AlN junto con la simulación RUMP correspondiente:

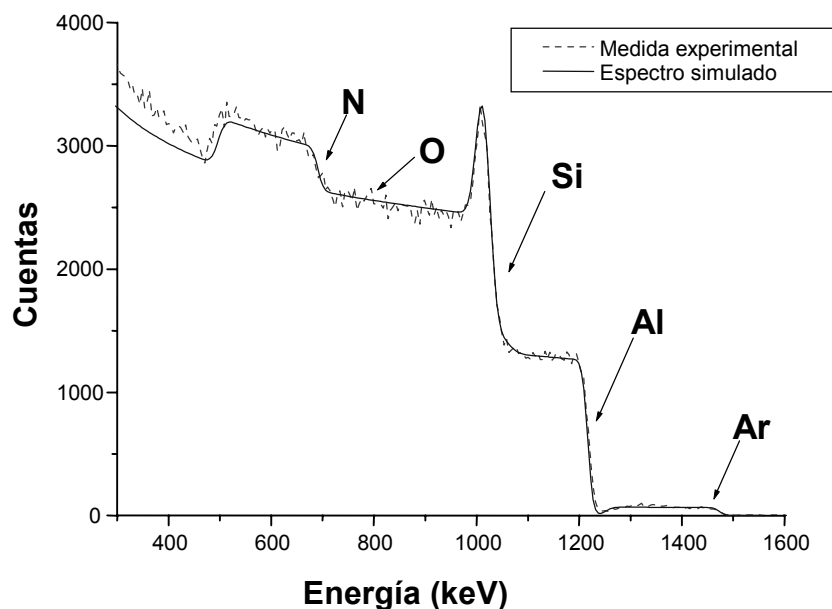


Figura 3.30. Espectro de RBS medido con un haz de iones $^4\text{He}^{2+}$ de 2'21 MeV de una película de nitruro de aluminio depositada sobre un sustrato de silicio.

Este espectro muestra el número de iones retrodispersados en función de la energía (que está relacionada con el número de canal). La película a la que corresponde el espectro tiene $3.000 \cdot 10^{15}$ átomos/cm² (lo cual corresponde a un espesor de 3.000 Å) y una composición prácticamente estequiométrica ($\text{Al}_1\text{N}_1\text{Ar}_{0.027}$).

Para determinar el contenido de nitrógeno en las muestras también se ha utilizado un método alternativo que consiste en utilizar la reacción nuclear $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ [Amsel71] con un ángulo de detección de 150° , puesto que para este ángulo los espectros presentan una zona plana entre los 1.100 y los 1.400 keV. Sin embargo, la detección de cantidades pequeñas de oxígeno en muestras de este tipo presenta grandes dificultades, ya que la señal correspondiente queda enmascarada por la del sustrato de silicio, mucho mayor. Este problema puede solventarse utilizando la reacción nuclear $^{16}\text{O}(d, p_1)^{17}\text{O}^*$ y midiendo los rayos gamma emitidos; este método permite cuantificar el oxígeno presente en la muestra hasta una profundidad aproximadamente de 1 μm comparando las medidas con las correspondientes a un blanco estándar bien conocido.

Como técnicas adicionales de análisis en el RBS se han utilizado tanto el análisis por reacciones nucleares (NRA) como la emisión de rayos gamma inducida por protones (PIGE). El NRA es una técnica en la que un rayo de partículas con una energía similar o superior a la barrera de Coulomb produce una reacción nuclear al incidir sobre un blanco, debido a la barrera de potencial ocasionada por la repulsión entre cargas. También se ha utilizado el análisis por espectroscopía de rayos gamma inducidos por bombardeo con protones (PIGE), que consiste en analizar el espectro energético de la radiación emitida por el núcleo de los átomos al ser bombardeados por protones de alta energía. El espectro de emisión de rayos gamma es característico de cada tipo de átomo, por lo que se puede evaluar la composición de un cierto material de forma inmediata.

3.5. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN ADICIONALES

A continuación se describen brevemente los conceptos básicos de otras técnicas de caracterización del material que se han utilizado de forma ocasional en este trabajo.

3.5.1. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN

La microscopía electrónica de transmisión (TEM) es una técnica utilizada para el análisis de la morfología de las películas cristalinas que se basa en la interacción entre un haz de electrones y los átomos del material que atraviesa dicho haz. Para llevar a cabo medidas de TEM sobre una muestra ésta debe adelgazarse hasta alcanzar un grosor que permita la transmisión de los electrones a través de ella. Debido a que la longitud de onda de los electrones es mucho menor que la de la luz visible, la resolución que se puede obtener con un microscopio TEM es varios órdenes de magnitud mayor que la que proporciona un microscopio óptico. Esta técnica proporciona información a nivel atómico sobre la estructura interna, la morfología y las propiedades cristalinas del material, como el tamaño, la forma y la distribución de sus elementos, defectos, etc.

En un microscopio TEM convencional el haz de electrones se enfoca mediante una lente electrostática, atraviesa la muestra y se proyecta sobre una placa fotográfica o una pantalla fluorescente. El contraste de la imagen aparece por distintos motivos, según se trate de un material cristalino o de un material amorfo [Wolf86]. En el primer caso los cristales difractan el rayo de electrones, y los cambios bruscos en el espesor o la orientación cristalográfica dan lugar a cambios de contraste en la imagen. Cuando el material es amorfo el contraste se debe a diferencias de espesor o de la composición química. Aunque las imágenes originadas por un material cristalino son más difíciles de interpretar que las originadas por un material amorfo, las medidas de TEM permiten visualizar los distintos granos, por lo que ésta es una técnica muy útil para determinar los tamaños de grano y encontrar posibles anomalías estructurales en películas delgadas.

A pesar de su buena resolución y de sus amplias posibilidades, el TEM es una técnica poco común debido a la dificultad a la hora de preparar las muestras para las medidas y de interpretar las imágenes obtenidas.

Las medidas de TEM utilizadas durante el desarrollo de esta tesis se han llevado a cabo en el Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica y Química Inorgánica de la Universidad de Cádiz.

3.5.2. MICROSCOPIA DE FUERZAS ATÓMICAS

La microscopía de fuerzas atómicas (AFM) es una técnica que se basa en las fuerzas de repulsión que se producen entre los átomos de la película que se quiere estudiar y los de la punta de exploración del microscopio, colocada en el extremo de un brazo flexible con una longitud de unos pocos cientos de micras, cuando ésta recorre la superficie de la muestra. Estas fuerzas provocan una deformación del brazo que soporta la aguja, cuyo movimiento puede medirse a través de un diodo láser que refleja la señal hacia un fotodetector. Estas medidas proporcionan información sobre el perfil topográfico de la superficie de la muestra. En este trabajo se ha utilizado esta técnica para determinar la rugosidad del nitruro de aluminio depositado.

Las medidas se han llevado a cabo en el Departamento de Física Aplicada a las Tecnologías de la Información de la E. T. S. I. de Telecomunicación de la Universidad Politécnica de Madrid.

3.5.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

En la microscopía electrónica de barrido (SEM) se barre la superficie de la muestra que se quiere analizar con un haz de electrones muy energéticos colimado y focalizado previamente por un conjunto de lentes electrostáticas. Como consecuencia de la interacción del haz con la muestra se producen diversos fenómenos, entre los cuales se encuentra la emisión de electrones retrodispersados y electrones secundarios, que son los que generalmente se analizan con este tipo de microscopios [Wolf86]. La intensidad de estas emisiones depende del ángulo de incidencia del haz sobre la muestra y, por consiguiente, de la topografía de ésta. Los electrones secundarios tienen energías de unas decenas de electronvoltios (como convenio se consideran electrones secundarios aquellos cuya energía se encuentra por debajo de los 50 eV), mientras que los retrodispersados son muy energéticos (con energías que pueden llegar a ser comparables a la del haz incidente). Las grandes diferencias de energía entre ambos tipos de electrones facilitan la selección del tipo de emisión que se desea analizar. Los electrones emitidos por la muestra se llevan a un tubo de rayos catódicos, que forma una imagen en una pantalla. Esta imagen está sincronizada con el barrido de la muestra por el haz, lo cual permite que en la pantalla aparezca la zona en la que se hace incidir el haz.

Los electrones retrodispersados provienen de todo el volumen de la muestra, puesto que su energía es suficientemente alta como para atravesarla toda, a pesar de las pérdidas por colisiones. Sin embargo, la energía de los electrones secundarios es baja, por lo que éstos provienen únicamente de la parte de la muestra más cercana a la superficie. Por lo tanto, la selección entre un modo de trabajo u otro dependerá de si se desea obtener información sobre la composición de la muestra en todo su volumen o sobre la topografía de su superficie.

Las medidas de microscopía electrónica de barrido se han llevado a cabo con un microscopio ZEISS DSM 950 del Departamento de Tecnología Electrónica de la E. T. S. I. de Telecomunicación de la Universidad Politécnica de Madrid.

3.6. OBTENCIÓN DE LAS PROPIEDADES PIEZOELÉCTRICAS DEL MATERIAL

3.6.1. MÉTODOS PARA LA OBTENCIÓN DE k^2

Es posible obtener información acerca de las propiedades piezoeléctricas del nitruro de aluminio estudiando la respuesta en frecuencia de un filtro SAW construido sobre él. Este método permite determinar el coeficiente de acoplo electromecánico k_{31}^2 que, como ya se vio en el capítulo 1, para un dispositivo ideal se define como la relación entre la potencia eléctrica suministrada (u obtenida) por el campo paralelo a la superficie del dispositivo y la potencia mecánica generada (o generadora) en la dirección perpendicular a la superficie. Por lo tanto, el coeficiente k_{31}^2 da una medida de la eficacia del material a la hora de convertir energía eléctrica en energía mecánica asociada a una onda acústica en superficie, y su determinación, junto con la de la velocidad de propagación acústica v_s , proporciona información acerca de las características piezoeléctricas del material estudiado. El coeficiente k_{31}^2 puede expresarse en función de características del material mediante la siguiente ecuación:

$$k_{31}^2 = \frac{e_{31}^2}{c_{11} \cdot \epsilon_{33}} \quad (3.20)$$

donde e_{31} es el coeficiente piezoeléctrico del material, c_{11} su constante elástica y ϵ_{33} su permitividad dieléctrica. El subíndice 3 indica la dirección del eje c del cristal (perpendicular a su superficie) y el subíndice 1 indica la dirección perpendicular al eje c . Por comodidad, a partir de ahora se denotará el coeficiente de acoplo electromecánico como k^2 , sin subíndices. Conceptualmente, el coeficiente de acoplo electromecánico k^2 es un parámetro ligado a un dispositivo, no al material. El método mencionado permite determinar el valor de k^2 debido al material en sí eliminando las influencias debidas al dispositivo.

La velocidad de propagación acústica se puede obtener fácilmente a partir de la frecuencia de resonancia del filtro (multiplicándola por la longitud de onda acústica correspondiente), pero la determinación de k^2 presenta más dificultades. En el caso del nitruro de aluminio algunos autores calculan el valor de k^2 a partir de la diferencia entre

las frecuencias de resonancia medidas en dos líneas de retardo iguales, una de ellas con una capa de metal en el espacio entre los dos IDTs [Kalantar-Zadeh02a, Palacios02]. Sin embargo, este método requiere la fabricación de dos dispositivos con idénticas características y la suposición de que no hay dispersión ni en las propiedades del material ni en los procesos tecnológicos necesarios para la fabricación de los dispositivos. Otro método [Kaya97, Palacios02, Elmazria02] consiste en calcular k^2 a partir de la parte real y la parte imaginaria de la admitancia de entrada Y_{11} de una línea de retardo; no obstante, la existencia de efectos parásitos que afectan a las medidas hace que el valor de k^2 obtenido sea erróneo. Por último, otros investigadores [Hickernell02] establecen la relación entre las pérdidas de inserción de filtros SAW construidos sobre materiales bien conocidos (como el cuarzo o el niobato de litio) y el coeficiente de acoplo electromecánico, y a partir de las curvas de calibración obtenidas extrapolan el valor de k^2 para el nuevo material. Como en el caso anterior, este método también ignora la posible influencia de los efectos parásitos externos sobre el funcionamiento del dispositivo.

El método que se ha utilizado en este trabajo para obtener el valor de k^2 ha consistido en construir dispositivos SAW sobre las películas de nitruro de aluminio y ajustar las medidas obtenidas según un modelo circuital que modifica al expuesto en el apartado 1.2.4 con el fin de incluir en los cálculos los efectos de los elementos parásitos que afectan a la respuesta del filtro. De esta forma es posible hallar el valor correcto del coeficiente de acoplo electromecánico del material, incluso aunque el filtro real no tenga un buen funcionamiento debido a dichos parásitos. Más adelante, en el capítulo 5, se expondrá de forma detallada este modelo y se analizará el origen de estos elementos parásitos.

3.6.2. MEDIDA DE LOS PARÁMETROS S DE LOS FILTROS

Como se vio en el apartado 1.2.4, el primer paso que hay que dar para determinar el valor de k^2 del dispositivo con el modelo circuital consiste en medir sus parámetros S, ya que la respuesta en frecuencia de los filtros viene dada por el módulo de su parámetro S_{21} , a partir del cual es posible obtener las características más significativas de su funcionamiento. Para ello se ha utilizado el analizador de espectros Agilent 8753-ES que se muestra en la siguiente figura:

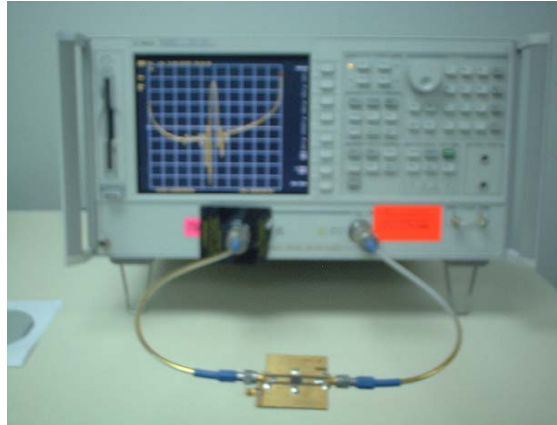


Figura 3.31. Analizador de espectros Agilent 8753-ES.

Puesto que en este caso ambos IDTs son iguales, existe una simetría que hace que, en teoría, $S_{11} = S_{22}$ y $S_{12} = S_{21}$. La figura 3.32.a muestra las medidas experimentales de los parámetros S_{11} y S_{21} de un filtro real, mientras que la figura 3.32.b muestra los de un filtro ideal:

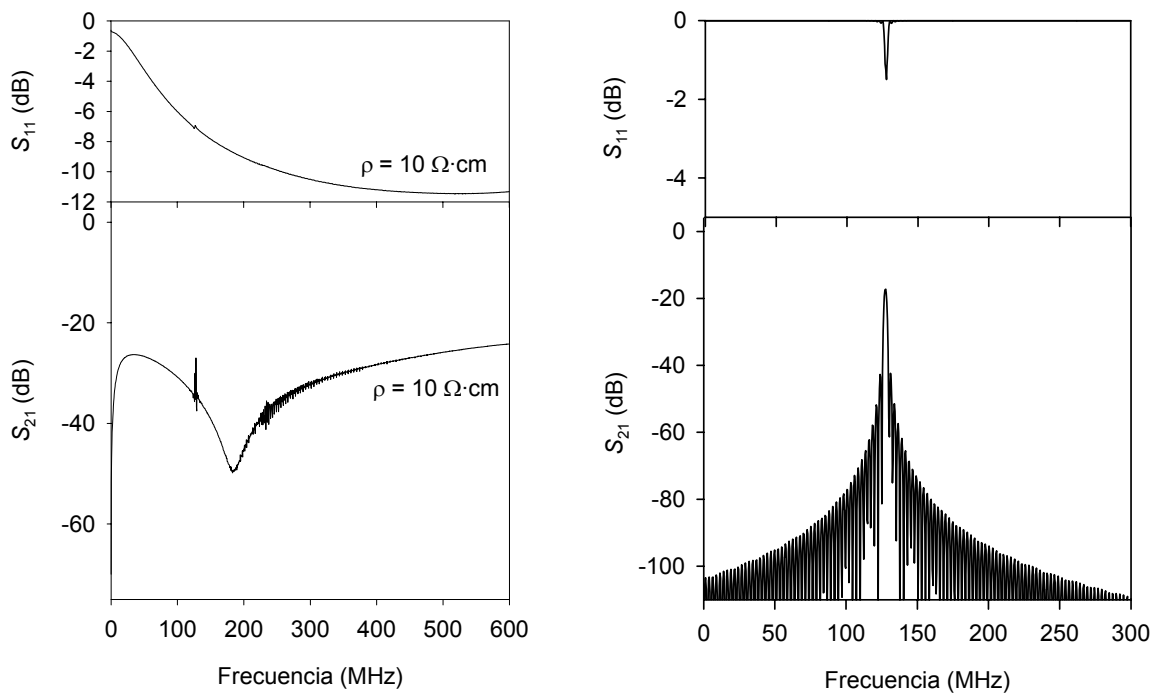


Figura 3.32. a) Parámetros S_{11} y S_{21} de un filtro real construido sobre silicio con una resistividad de $10 \Omega \cdot \text{cm}$ **y b)** Parámetros S_{11} y S_{21} de un filtro ideal.

Puede verse en esta figura que, a pesar de presentar una clara resonancia, el parámetro S_{21} del filtro real difiere en gran medida del esperado para un filtro ideal. Por otro lado, el parámetro S_{11} muestra una variación con la frecuencia, a pesar de que según la figura 3.32.b debería valer cero decibelios en todo el espectro excepto alrededor de la frecuencia de resonancia. Esto demuestra que existe una impedancia que depende de la frecuencia y que causa la reflexión de parte de la señal; esta reflexión también afecta al parámetro S_{21} , ya que la señal eléctrica que alcanza el filtro también se ve reducida. Por lo tanto, no es posible obtener el valor correcto del coeficiente de acoplo electromecánico del nitruro de aluminio a partir de ninguno de estos parámetros debido a la existencia de éste y otros elementos parásitos que distorsionan la respuesta de los dispositivos. Para poder caracterizar el material ha sido necesario desarrollar un modelo circuital que se explicará con detalle en el capítulo 5.

4. PROPIEDADES DEL MATERIAL

Como se explicó en la introducción de esta memoria, el nitruro de aluminio es un material piezoeléctrico que cristaliza en el sistema hexagonal con una estructura de tipo *wurtzita*. Para que una película de AlN tenga una respuesta piezoeléctrica apropiada para ser utilizada en dispositivos de onda acústica el material debe tener una buena calidad cristalina, y sus cristales tienen que estar orientados según la dirección del eje *c* de la celda unidad, es decir, perpendicularmente a la superficie de la muestra y con sus momentos dipolares permanentes orientados en el mismo sentido [Caliendo93, Liaw95, Nam01, Kao02].

En el capítulo 1 se indicó que la técnica de la pulverización reactiva (*sputtering*) permite obtener nitruro de aluminio de buena calidad, con la ventaja añadida de ser un proceso compatible con las tecnologías del silicio. La elección de distintos valores de los parámetros accesibles de dicha técnica influye en las características del material obtenido. Por lo tanto, determinando cuál es exactamente esta influencia será posible obtener nitruro de aluminio con las propiedades adecuadas para poderlo utilizar en la fabricación de dispositivos electroacústicos.

En este capítulo se explicará en primer lugar cómo las condiciones de depósito determinan las características cristalinas de las películas obtenidas (orientación de las películas, tamaño de grano, estrés residual). A continuación se estudiará cómo influyen estas características del material en su respuesta piezoeléctrica, así como el papel de las posibles impurezas presentes en el material. Por último se analizará la influencia adicional de distintos elementos (tratamientos térmicos, sustratos metálicos) en las propiedades del nitruro de aluminio.

4.1. INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES DE DEPÓSITO EN LAS PROPIEDADES CRISTALINAS DEL MATERIAL

4.1.1. CONTROL DE LOS MECANISMOS DE DEPÓSITO

Como se acaba de mencionar, para que una película de AlN tenga buenas propiedades piezoeléctricas es necesario que esté completamente orientada con el eje *c* perpendicular al sustrato. Muchos investigadores han determinado las condiciones

de depósito óptimas para conseguirlo, y se ha llegado a la conclusión de que los principales parámetros que influyen en las propiedades cristalinas de las películas son la distancia entre el blanco y el sustrato [Ishihara98, Fujiki00, Xu01], que suele ser fija para cada sistema de depósito concreto, y la presión total en la cámara de depósito [Rodríguez-Navarro97b, Ishihara98, Kao99, Drüsedau00, Fujiki00, Xu01]. Se han obtenido películas con una orientación preferente (00.2) con bajas distancias blanco-sustrato y bajas presiones [Okano92]. Sin embargo, todos estos autores no ofrecen una explicación completa de los mecanismos que determinan la orientación preferente del material.

Cuando un cristal crece con el eje c inclinado respecto a la normal a la superficie del sustrato su velocidad de crecimiento se puede descomponer en dos componentes correspondientes a las velocidades de crecimiento de los planos (00.1) y (10.0). Este modelo de crecimiento, esquematizado en la figura 4.1, es muy sencillo, pero ayudará a entender de forma clara los mecanismos de crecimiento orientado del AlN.

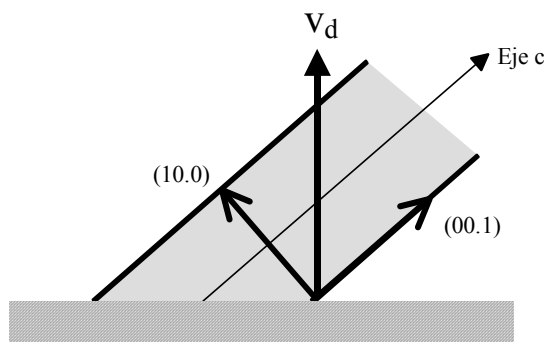


Figura 4.1. Componentes de la velocidad de crecimiento de un cristal.

Los cristales tendrán una orientación según el eje c (es decir, con éste colocado perpendicularmente al sustrato) si predomina la velocidad de crecimiento de los planos (00.1). Cuando el crecimiento de los planos (10.0) sea importante los cristales crecerán inclinados, dando lugar a otras orientaciones preferentes, como las (10.3), (10.2), (10.1) y, en casos extremos, (10.0) y (11.0) cuando la velocidad de crecimiento de los planos (00.1) sea nula. Puesto que en este caso las películas son un material policristalino, cada uno de los cristales tendrá su propia orientación, por lo que se habla de velocidades de crecimiento y orientaciones promedio.

Algunos autores [Ishihara98, Xu01] han atribuido la orientación preferente de las películas a las diferentes probabilidades de enlace con la superficie de la lámina en crecimiento de los átomos de nitrógeno o aluminio y los dímeros Al-N formados durante el proceso de transporte de material del blanco al sustrato. Según esta teoría, las altas presiones favorecen la formación de dímeros, que dan lugar al crecimiento preferente según los planos (10.0). A bajas presiones, por el contrario, las especies más abundantes son átomos aislados, y predomina el crecimiento de los planos (00.1).

Una segunda teoría basada en consideraciones termodinámicas, mucho más aceptada [Rodríguez-Navarro97b, Kao99, Drüsedau00, Dumitru00, Fujiki00, Dubois01, Wu01, Cheng03b], relaciona la velocidad de crecimiento de las distintas familias de planos con la energía suministrada a los adátomos en la superficie de la película durante su crecimiento. La velocidad de crecimiento de los planos (10.0) es máxima cuando la energía vale cero, y va disminuyendo a medida que la energía aumenta; por el contrario, los planos (00.1) prácticamente no crecen a bajas energías, y su velocidad de crecimiento va aumentando al subir la energía de los átomos en la superficie del sustrato. En la parte intermedia en la que existen componentes de ambas velocidades de crecimiento se originan los cristales con orientaciones (10.1), (10.2) y (10.3) sucesivamente, a medida que va aumentando la energía. Por último, cuando la energía es demasiado alta, la velocidad de crecimiento de los planos (00.1) va disminuyendo debido al daño cristalino generado y el material que se obtiene acaba siendo amorfo. Este comportamiento aparece esquematizado en la figura 4.2:

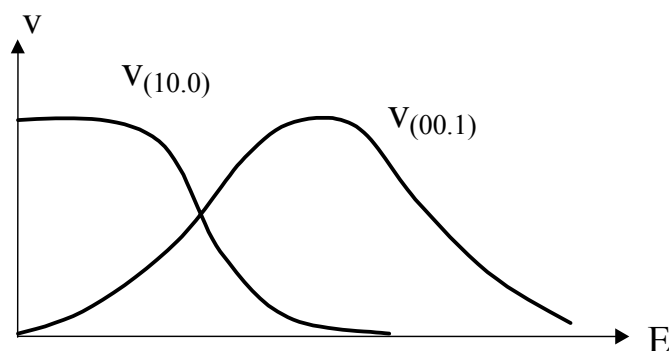


Figura 4.2. Representación esquemática de la velocidad de depósito de los planos (10.0) y (00.1) frente a la energía suministrada a los adátomos en la superficie de la película.

Dependiendo de la energía que se suministre al sustrato los diferentes planos crecerán a mayor o menor velocidad y, por lo tanto, la orientación cristalina de la lámina será distinta. La influencia de los distintos parámetros de depósito sobre las características cristalinas del nitruro de aluminio obtenido estará relacionada, por tanto, con la forma en la que estos parámetros influyen en la energía que se proporciona a la película durante su crecimiento. Dicha energía puede suministrarse bien a través del calentamiento de la lámina (energía térmica) o bien por el bombardeo al que esté sometida durante su crecimiento (energía cinética, con un cierto calentamiento asociado). Aunque se ha comprobado que un calentamiento de los sustratos produce material de buena calidad, una de las ventajas que presenta la técnica de pulverización, como ya se ha mencionado, es la de proporcionar material de buena calidad a bajas temperaturas compatibles con las tecnologías del silicio. Por ello, no se ha calentado intencionadamente el sustrato durante el depósito de las películas concretas utilizadas en este trabajo, por lo que el aporte de energía en este caso proviene del bombardeo iónico, que provoca un calentamiento moderado que no sobrepasa los 200°C. La intensidad del bombardeo depende de la distribución del campo eléctrico en las proximidades del sustrato, que se puede controlar modificando la tensión que se aplica a los sustratos o la presión en la cámara de depósito, como ya se indicó en el capítulo 2.

Para poder determinar de dónde procede la energía suministrada a los átomos en la superficie del sustrato es necesario estudiar las distintas especies presentes en un proceso de pulverización de nitruro de aluminio. En el plasma hay distintos tipos de partículas que colisionan con el sustrato durante el proceso:

- *Gases neutros (argón y nitrógeno) introducidos*: con baja energía, la correspondiente a su temperatura, que es próxima a la ambiente.

- *Electrones*: generados durante el bombardeo del blanco y acelerados por los campos alternos de radiofrecuencia aplicados (de entre 500 y 2.000 V). Su energía de bombardeo es muy alta, pero sin embargo no transfieren momento cinético a los átomos de la lámina en crecimiento debido a su baja masa. Su único efecto es el de calentar el sustrato.

- *Iones con carga positiva (Ar^+ , N^+ y N_2^+)*: generados por los choques entre las especies gaseosas y los electrones acelerados. Son las partículas que proporcionan

una mayor energía cinética a los átomos de la lámina en crecimiento al ser acelerados por el campo eléctrico existente en las proximidades del sustrato.

- *Átomos retrodispersados por el blanco*: los iones de nitrógeno que inciden en el blanco tienen una alta probabilidad de neutralizarse y ser retrodispersados por los átomos de aluminio que lo forman, perdiendo en la colisión sólo la mitad de su energía. A pesar de sufrir algunos choques con el gas de la descarga, estos átomos retrodispersados pueden llegar al sustrato con una energía considerable. Sus efectos han sido estudiados por numerosos autores [Okano92, Lee97, Rodríguez-Navarro97b, Dumitru00, Fujiki00, Wu01, Cheng03b], que utilizan nitrógeno como único gas en la descarga.

- *Átomos de aluminio*: extraídos del blanco con una distribución energética independiente de la energía con la que lleguen a él los iones de argón y de las condiciones del proceso [Benninghoven87]. La energía con la que salen los átomos de aluminio es suficientemente baja (unos pocos electronvoltios) como para que tras unos pocos choques estos átomos queden termalizados en el plasma y pueda despreciarse su contribución energética a la lámina en crecimiento.

Así pues, sólo los iones positivos presentes en la descarga, y tal vez los átomos neutros de nitrógeno retrodispersados, son capaces, mediante el bombardeo, de suministrar energía cinética a los adátomos de la superficie de la lámina en crecimiento para favorecer su movilidad y así poder variar la velocidad de crecimiento de los distintos planos cristalográficos. Las especies cargadas adquieren su energía a través de los campos eléctricos existentes en las proximidades del sustrato y la pierden en los choques con las especies neutras de la descarga. Por lo tanto, los parámetros accesibles que modifiquen estos mecanismos serán los que permitan controlar la energía suministrada a la lámina en crecimiento y, en consecuencia, su orientación cristalográfica; a continuación se explican cuáles son los efectos de dichos parámetros.

4.1.1.1. Efectos de la presión

Al aumentar la presión total en el sistema hay más partículas relacionadas con los gases de entrada (argón y nitrógeno), y por lo tanto se reduce el camino libre

medio de todas las partículas y hay más colisiones entre las distintas especies que se encuentran en el plasma. Al sufrir una colisión una partícula cargada acelerada por un campo eléctrico (y, por tanto, con una energía superior a la de las partículas que forman el gas en el que se mueve) con otra partícula pierde parte de su energía y cambia de trayectoria. Tras una serie de choques la partícula acaba por termalizarse, perdiendo su energía en exceso y su direccionalidad. Por otra parte, el aumento de la presión hace que disminuya la tensión de autopolarización del sustrato, por lo que la diferencia de potencial que atrae a los iones hacia él es menor y dichos iones llegan al sustrato con menos energía. Este efecto se muestra en la figura 4.3, que representa la variación de la tensión de autopolarización del sustrato (V_s) frente a la presión, medida para una geometría del sistema dada.

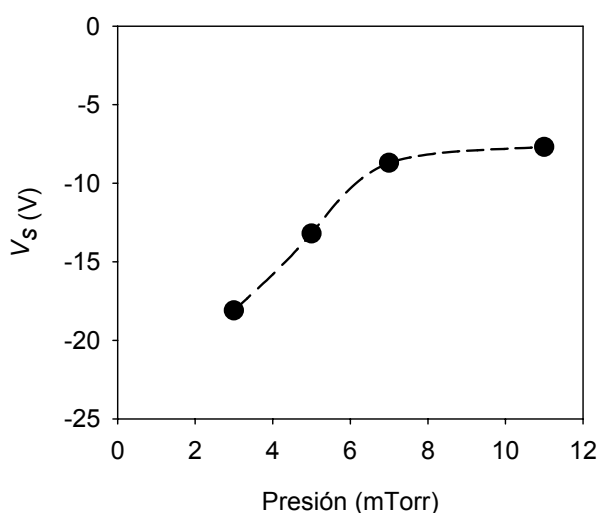


Figura 4.3. Variación de la tensión de autopolarización del sustrato frente a la presión total de depósito.

En resumen, un aumento de la presión implica una reducción de la energía suministrada a los adátomos en la superficie de la lámina en crecimiento mediante el bombardeo con iones y una dispersión mayor en el ángulo de incidencia de éstos.

4.1.1.2. Efectos de la composición del gas de la descarga

Un aumento de la proporción de nitrógeno en el gas de la descarga produce un aumento de la tensión de autopolarización inducida en el sustrato, como puede

comprobarse en la figura 4.4, que muestra datos medidos manteniendo la presión constante en un valor de 3 mTorr y con una tensión de cátodo de 1.700 V.

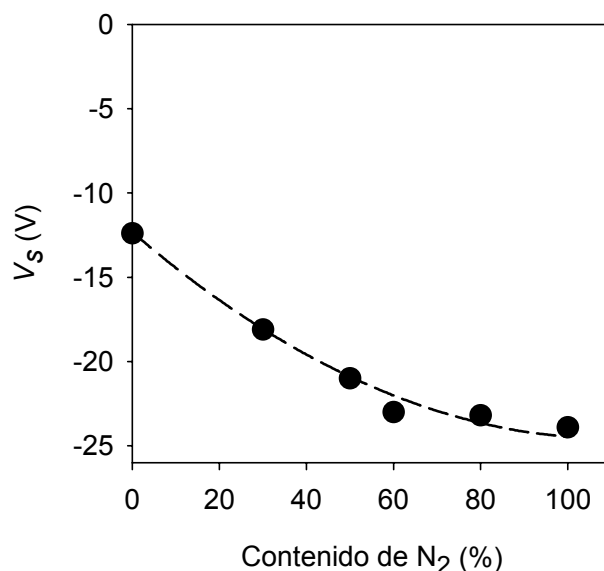


Figura 4.4. Tensión de autopolarización del sustrato aislado eléctricamente en función del contenido de nitrógeno en el gas de la descarga.

Este efecto se explica teniendo en cuenta que ciertos parámetros, como las probabilidades de ionización, las movilidades iónicas o la cantidad de electrones secundarios emitidos por el blanco, son distintos para los iones N^+ , N_2^+ y Ar^+ . Un aspecto que hay que tener en consideración a la hora de evaluar la cesión de energía por parte de los iones bombardeantes a los átomos de la superficie de la lámina en crecimiento es la relación entre sus masas. Si la especie que bombardea es más ligera la transferencia de momento cinético y, por tanto, de energía cinética, es menor, por lo que, a igualdad de energía de incidencia, un ión de nitrógeno será menos eficiente que un ión de argón. Como se explicará más adelante, este hecho tiene una gran influencia en el crecimiento del AlN.

Por último, un aspecto importante desde el punto de vista tecnológico es la velocidad de depósito del material. Sin embargo, este parámetro también es importante en otros aspectos, ya que su estudio proporciona información sobre las condiciones en las que el proceso tiene lugar. La velocidad de depósito varía de forma lineal con la potencia de radiofrecuencia aplicada al blanco, pero dado que la mayor parte de este trabajo se ha realizado manteniendo dicha potencia constante no se ha

analizado a fondo su influencia. Por el contrario, sí es importante analizar la variación de la velocidad de depósito del nitruro de aluminio con la presión y la composición del gas de la descarga. La figura 4.5 muestra cómo dicha velocidad aumenta al aumentar la presión total en el sistema para cualquier proporción de nitrógeno que haya en el gas de la descarga.

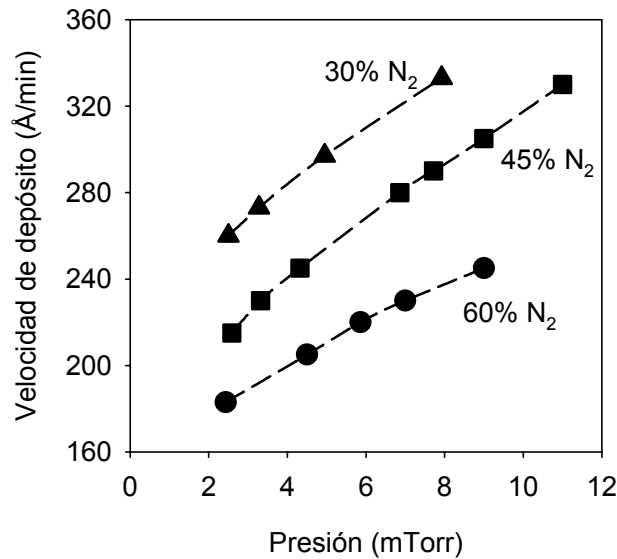


Figura 4.5. Variación de la velocidad de depósito del material con la presión total en el sistema para distintas concentraciones de nitrógeno en el gas de la descarga, con una tensión de cátodo de 1.700 V.

Un aumento de la presión implica un aumento de la cantidad de especies ionizadas (N^+ , N_2^+ y Ar^+) que bombardean el blanco y, por tanto, del número de átomos de aluminio extraídos, lo cual hace que la velocidad de depósito sea mayor. Por otra parte, el hecho de que para una presión constante la velocidad de depósito sea mayor cuanto menor es la cantidad de nitrógeno en el gas de la descarga confirma que son las especies relacionadas con el argón, y no con el nitrógeno, las responsables de arrancar los átomos de aluminio del blanco, es decir, que son más eficientes transfiriendo energía. Este resultado está de acuerdo con la discusión anterior sobre la influencia de la composición del gas sobre el bombardeo del sustrato, que se rige por los mismos fenómenos. Adicionalmente, el aumento monótono de la velocidad de depósito con la presión en el margen de variación estudiado indica que los procesos de dispersión (pérdida de energía y direccionalidad de los iones a causa de las colisiones) no son predominantes. Para presiones elevadas, fuera del margen

estudiado, se produciría un gran número de choques entre las partículas del gas y los átomos procedentes del blanco, reduciendo la velocidad de depósito al dispersarse el material extraído en su camino hacia el sustrato.

4.1.2. ORIENTACIÓN DE LAS PELÍCULAS

Para estudiar la evolución de la orientación preferente de las películas con la presión de depósito se han depositado muestras manteniendo constantes el resto de las variables. En la figura 4.6 se pueden ver los difractogramas de rayos X de una serie de muestras depositadas con el sustrato aislado eléctricamente.

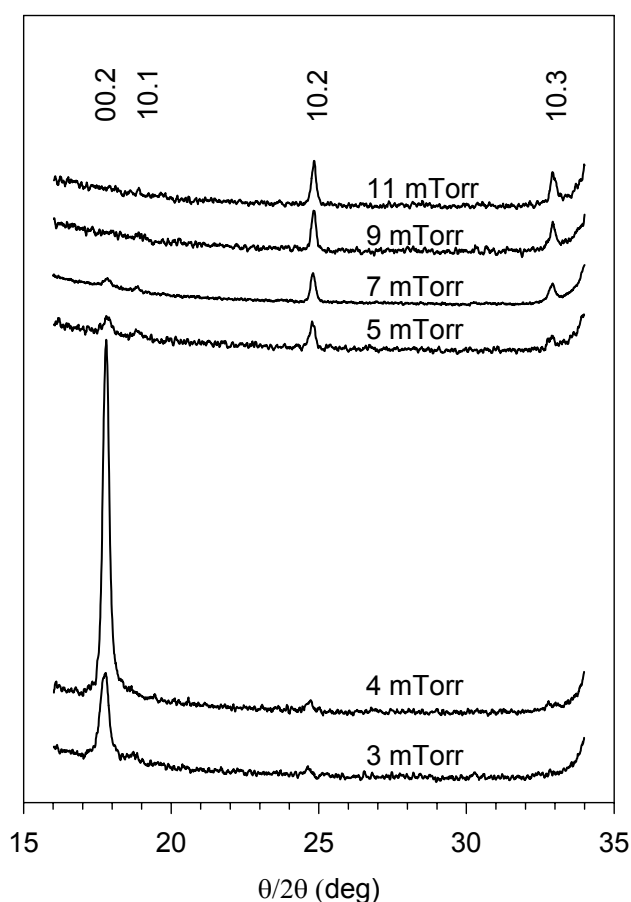


Figura 4.6. Difractogramas de rayos X de películas de AlN depositadas a diferentes presiones de depósito para una concentración de nitrógeno del 30% y una tensión de cátodo de 1.700 V.

De acuerdo con los resultados presentados por otros autores [Rodríguez-Navarro97b, Engelmark01, Xu01, Liu05], puede comprobarse que a bajas presiones la textura para la dirección (00.2) es muy grande (es decir, el pico correspondiente a la reflexión de los planos (00.2) predomina claramente sobre todos los demás), lo cual demuestra que se ha suministrado suficiente energía al sustrato durante el crecimiento de la película como para que ésta se encuentre completamente orientada según la dirección (00.2). A medida que aumenta la presión empiezan a aparecer las reflexiones debidas a los planos (10.3) y (10.2), inclinados $31'6^\circ$ y $42'7^\circ$ respectivamente respecto a los planos (00.2), mientras que simultáneamente decrece el pico debido a la reflexión 00.2. Esto indica que la energía proporcionada al sustrato ya no es suficiente como para producir películas orientadas con el eje *c* perpendicular a la superficie del sustrato. Finalmente, el difractograma correspondiente a la presión más alta estudiada sólo presenta los picos correspondientes a las reflexiones 10.3 y 10.2. La reflexión correspondiente a los planos (10.1), inclinados $61'6^\circ$ respecto a los planos (00.2), prácticamente no es visible en los difractogramas que aparecen en la figura 4.6.

En resumen, puede decirse que con el fin de obtener películas con orientación preferente según el eje *c* (es decir, con dicho eje perpendicular a la superficie del sustrato) cuando el sustrato se encuentra aislado eléctricamente en principio la presión de trabajo deberá ser baja, para que las partículas responsables del suministro de energía al sustrato sufran menos colisiones antes de llegar a él y de esta forma su aporte energético sea mayor.

La figura 4.7 permite confirmar cuáles son las especies responsables del principal aporte energético a la película durante el depósito. Dicha figura muestra los difractogramas de rayos X de varias muestras depositadas a una presión total de 5 mTorr para distintas concentraciones de nitrógeno. Para poder mostrar con claridad la influencia de la proporción de nitrógeno en el gas de la descarga se han escogido datos correspondientes a láminas crecidas con una configuración tal que proporciona material con orientaciones mezcladas.

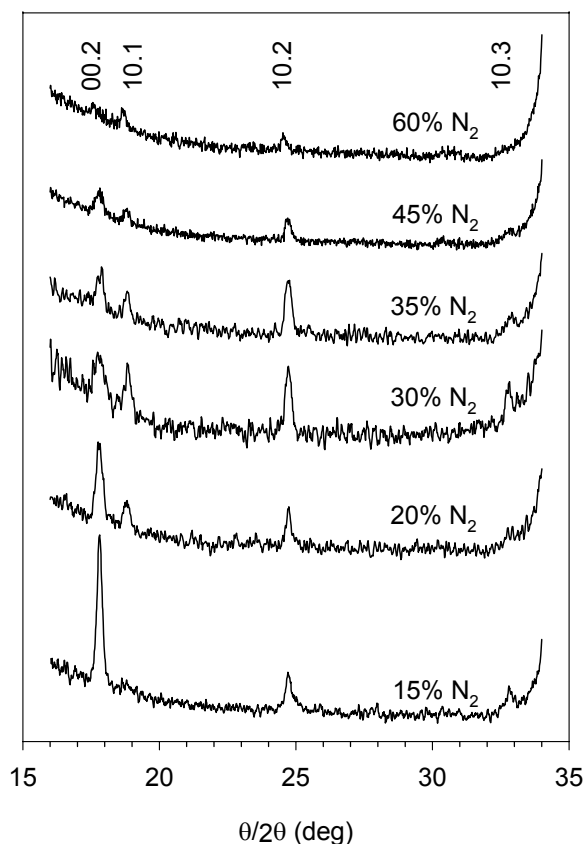


Figura 4.7. Difractogramas de rayos X de películas de AlN depositadas para diferentes concentraciones de nitrógeno para una presión total de 5 mTorr y una tensión de cátodo de 1.700 V.

Tal como se vio en la figura 4.4, al aumentar la proporción de nitrógeno en el gas de la descarga aumenta también la tensión de autopolarización del sustrato, lo cual en principio debería favorecer la obtención de películas con orientación (00.2). No obstante, según puede verse en la figura 4.7, al aumentar la proporción de nitrógeno en el gas la orientación (00.2) se hace cada vez menos predominante, mientras que otras orientaciones, como las (10.1), (10.2) y (10.3), empiezan a cobrar más importancia. Esto indica que un aumento de la cantidad de nitrógeno provoca que las películas tengan un menor grado de orientación según el eje *c*, efecto que predomina sobre el debido a una mayor tensión de autopolarización del sustrato. Si se mantiene la presión constante, un aumento de la cantidad de nitrógeno equivale a reducir la cantidad de argón en el gas de la descarga. Esto sugiere que la mayor parte de la energía necesaria para crecer películas con orientación preferente (00.2) procede de los iones de argón, lo cual puede explicarse en términos de la diferencia de masa entre ellos y los iones de nitrógeno. Puesto que los primeros son más pesados su

capacidad de transferir energía a los átomos más ligeros del nitruro de aluminio en crecimiento es mayor, por lo que el efecto de una reducción del número de iones de argón respecto a los de nitrógeno equivale a una disminución en la energía proporcionada al sustrato.

Para poder controlar de forma directa la energía de bombardeo de los iones sobre la lámina lo mejor es fijar de forma intencionada la tensión de polarización del sustrato, lo cual, como se vio en el apartado 2.2, se puede hacer modificando la geometría del sistema (mediante la red de acoplo del portasustratos) o aplicando directamente al sustrato parte de la potencia de radiofrecuencia. La figura 4.8 muestra los difractogramas de rayos X de películas crecidas con una presión de 5 mTorr y un porcentaje de nitrógeno del 30% para diferentes tensiones de sustrato entre -14 V y -30 V . Puede observarse que a medida que la tensión de polarización del sustrato aumenta en valor absoluto el nitruro de aluminio tiende a orientarse cada vez más según los planos (00.2).

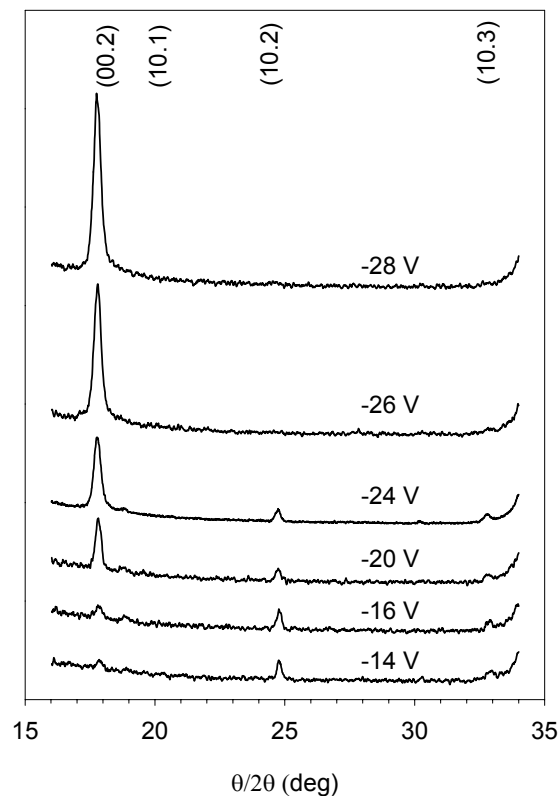


Figura 4.8. Difractogramas de rayos X de películas de nitruro de aluminio depositadas a diferentes valores de tensión de polarización del sustrato.

Sólo para tensiones de polarización del sustrato cuyo valor absoluto es mayor que 24 V se obtienen películas con todos sus microcristales con el eje c completamente perpendicular a la superficie de la muestra.

La siguiente figura muestra los difractogramas de una serie de láminas depositadas para una tensión de polarización del sustrato fija (−26 V) para distintas presiones de trabajo entre 4 y 11 mTorr.

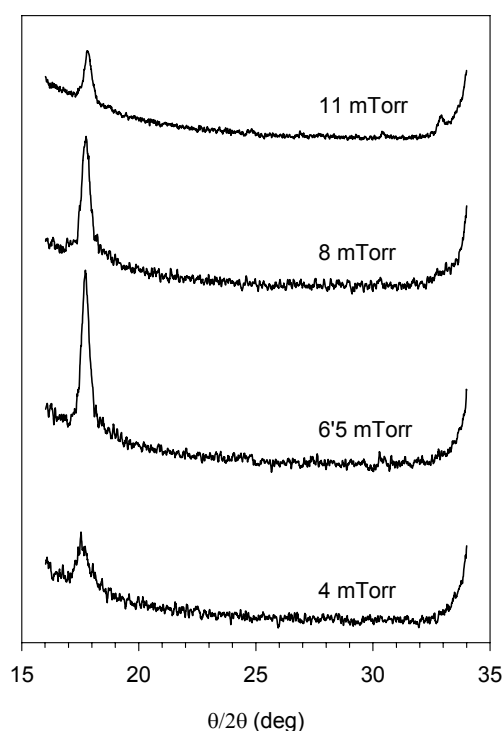


Figura 4.9. Difractogramas de rayos X de películas de nitruro de aluminio depositadas a distintas presiones con una tensión de polarización del sustrato de −26 V.

Esta figura muestra que se pueden obtener películas con orientación (00.2) preferente para cualquier presión siempre que la tensión aplicada al sustrato sea suficientemente alta. Al aumentar ésta, los iones de argón se ven acelerados con más fuerza hacia el ánodo, lo cual compensa las mayores pérdidas de energía por colisiones para una presión más elevada. Por lo tanto, el parámetro fundamental que permite obtener material orientado según el eje c es la tensión de polarización del sustrato, cuyo efecto predomina sobre el de la presión de trabajo. Las únicas diferencias apreciables entre los distintos difractogramas es la mayor o menor intensidad y la forma de los picos de la reflexión 00.2, aspectos que están relacionados con la calidad cristalina de las películas (tamaño de grano y estrés). Por

lo tanto, la figura 4.9 da a entender que dicha calidad cristalina se ve afectada no sólo por la energía de bombardeo, sino también por la direccionalidad de las partículas que inciden sobre el sustrato, parámetro que sí está directamente relacionado con la presión de trabajo.

La figura 4.10 muestra la dependencia de la calidad cristalina de las películas con el contenido de nitrógeno en el gas de la descarga para un sustrato polarizado a -26 V. La cantidad de nitrógeno es la que determina cuál de las dos especies del gas (nitrógeno o argón) juega un papel más importante en el bombardeo del sustrato.

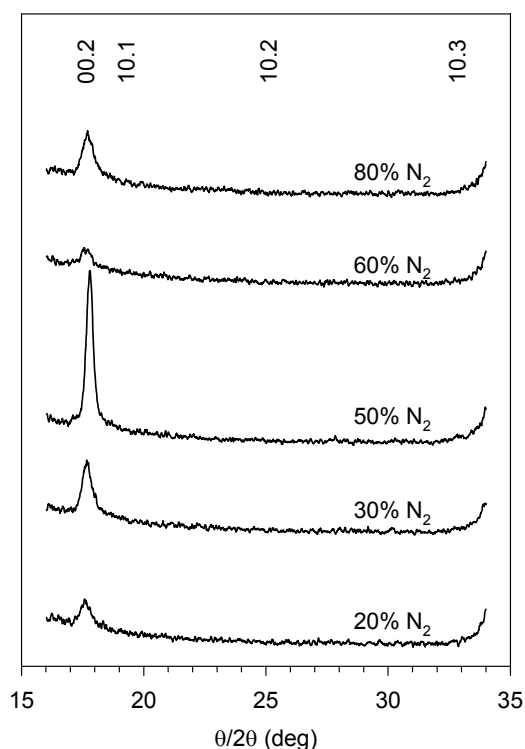


Figura 4.10. Difractogramas de rayos X de películas de nitruro de aluminio depositadas manteniendo la tensión de sustrato fija en un valor de -26 V, con una tensión de cátodo de 1.700 V, una presión de 5 mTorr y distintas concentraciones de nitrógeno.

En esta figura se puede ver que las películas con una peor calidad cristalina (con el pico correspondiente a la reflexión (00.2) más débil y ancho) son las correspondientes a porcentajes de nitrógeno bajos o altos. En el primer caso, las películas sufren un bombardeo intenso por parte de los iones de argón que deteriora su calidad cristalina. En el segundo caso, puede ocurrir que el aumento de la proporción de nitrógeno produzca un aumento significativo del voltaje del plasma

respecto al del sustrato [Dubois01], o bien que el bombardeo con átomos neutros retrodispersados en el cátodo empiece a ser importante. Para poder determinar cuál de estos fenómenos es la causa principal del comportamiento observado habría que llevar a cabo medidas directas de la tensión del plasma, lo cual no es posible en el sistema utilizado.

Como resumen, la figura 4.11 muestra una comparación entre los difractogramas correspondientes a dos series de muestras depositadas a distintas presiones. En la primera (serie A) las láminas se han obtenido dejando la red de acoplo en una posición dada, de manera que el sustrato queda aislado eléctricamente y son el resto de variables del proceso de depósito las que fijan su tensión de autopolarización. En la segunda serie (serie B) la tensión de polarización del sustrato se ha mantenido constante en un valor de -26 V, bien mediante retoques en la red de acoplo del portasustratos (modificando la geometría del sistema) o bien derivando parte de la potencia de la fuente de radiofrecuencia hacia él. El resto de parámetros de depósito (tensión de cátodo y composición del gas) son constantes e iguales para ambas series.

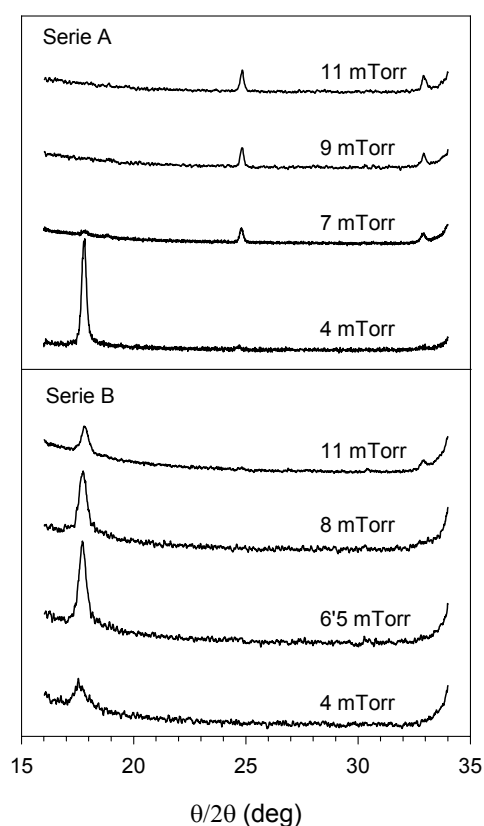


Figura 4.11. Comparación entre las orientaciones obtenidas en un mismo rango de presiones de trabajo con el sustrato aislado eléctricamente (serie A) y un sustrato polarizado a -26 V (serie B).

A la vista de los resultados expuestos se llega a la conclusión de que controlando los distintos parámetros de depósito es posible obtener películas de nitruro de aluminio con la orientación deseada, en particular con orientación preferente (00.2), que es la orientación necesaria para que el material tenga buenas propiedades piezoeléctricas, como se verá en el apartado 4.2. En concreto, aplicando un valor adecuado de la tensión de polarización del sustrato se pueden obtener láminas con orientación (00.2) para cualquier presión de trabajo. Esta posibilidad de controlar la orientación de las láminas de forma independiente a la presión de trabajo permitirá optimizar otros parámetros ajustando dicha presión, tal y como se verá más adelante.

Finalmente, queda por indicar que el sustrato sobre el que se depositan las láminas tiene una influencia notable en su orientación. Todos los datos presentados en esta sección se refieren a láminas depositadas sobre silicio (100) y silicio oxidado. Se ha comprobado que en estos dos tipos de sustrato el crecimiento y la influencia de los parámetros de depósito son iguales, por lo que a partir de ahora no se distinguirán. Si se utiliza otro tipo de sustratos la influencia de los parámetros de depósito es similar, aunque los márgenes de variación de los parámetros son distintos. Los efectos de la utilización de otro tipo de sustratos (silicio recubierto de láminas delgadas de diversos metales) serán expuestos con detalle más adelante, comentando las diferencias respecto a los sustratos de silicio o silicio oxidado.

4.1.3. CALIDAD CRISTALINA

Un material policristalino es bueno desde un punto de vista cristalográfico cuando el tamaño de sus microcristales es grande en la dirección perpendicular al sustrato y cuando éstos se encuentran muy bien orientados. Tal y como se vio en el apartado 3.1, ambos parámetros se pueden derivar de las medidas de difracción de rayos X a partir del grado de orientación o textura (la relación entre el área integrada del pico de XRD correspondiente a la reflexión (00.2) y la suma de las áreas integradas de todos los picos presentes en el difractograma), del ancho y la forma del pico de difracción de los planos (00.2) y del ancho de la *rocking-curve* correspondiente a dicho pico. La calidad cristalina del material está definida en este trabajo por el grado de orientación (00.2), por el tamaño de grano en la dirección (00.2) y por el ancho a mitad de altura de la *rocking-curve* correspondiente a los granos orientados en dicha dirección.

Todas las láminas estudiadas se pueden agrupar en cinco tipos, atendiendo a los tres parámetros descritos. La tabla 4.I muestra dichos tipos, junto con los valores correspondientes de los parámetros que definen la calidad cristalina. Como se verá más adelante, el comportamiento piezoeléctrico del material está muy relacionado con esta clasificación.

Tabla 4.I. Distintos tipos de muestras dependiendo de sus propiedades cristalinas.

Tipo	Grado de orientación (00.2) (%)	Ancho de la <i>rocking-curve</i> (deg)	Tamaño de grano (nm)
A	< 80	> 40	< 10
B	80 – 100	3 – 10	25 – 100
C	100	3 – 10	25 – 100
D	100	10 – 25	10 – 15
E	100	> 40	< 5

La figura 4.12 muestra los difractogramas de rayos X de láminas representativas de cada uno de estos tipos de muestras crecidas bajo diferentes condiciones de depósito.

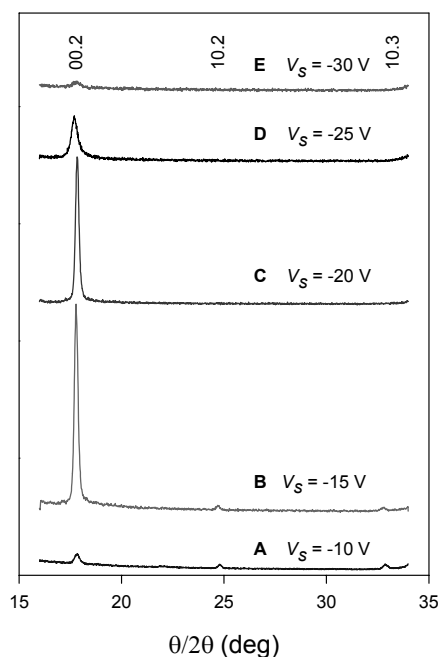


Figura 4.12. Difractogramas de rayos X de muestras pertenecientes a cada uno de los tipos de láminas que aparecen en la tabla 4.I, obtenidas variando la tensión de polarización del sustrato para una presión de trabajo dada (7 mTorr).

Como puede observarse en la tabla 4.1, los tamaños de grano obtenidos para las distintas muestras oscilan entre valores menores de 5 nm (en películas que pueden considerarse casi amorfas) y valores de hasta 100 nm. Como ya se ha visto, la diferencia entre el potencial del plasma y V_s determina la energía que suministran los iones a la película durante su crecimiento y, por tanto, su grado de orientación (00.2). La calidad cristalina mejora para las muestras de los tipos B y C respecto a las de tipo A debido al mayor aporte energético, mientras que vuelve a empeorar para las muestras de los tipos D y E debido a que el exceso de bombardeo, a pesar de que asegura que el material crezca con orientación (00.2), genera daño cristalográfico que empeora tanto el tamaño de grano como la orientación. De igual forma, el ancho a mitad de altura de la *rocking-curve* correspondiente a la reflexión (00.2) es también menor para las muestras con una mejor calidad cristalina, aumentando para el resto de muestras. Como puede comprobarse, una orientación pura (00.2) no garantiza un buen tamaño de grano, pero sí es posible obtener películas con tamaño de grano grande aunque el grado de orientación según el eje c no sea el máximo (como es el caso de las muestras de tipo B). Como se verá en el apartado 4.2, el comportamiento piezoeléctrico de cada tipo de muestra está relacionado con su calidad cristalina.

La siguiente figura muestra la relación entre el tamaño de grano y el ancho de la *rocking-curve* en muestras con valores intermedios de esta última.

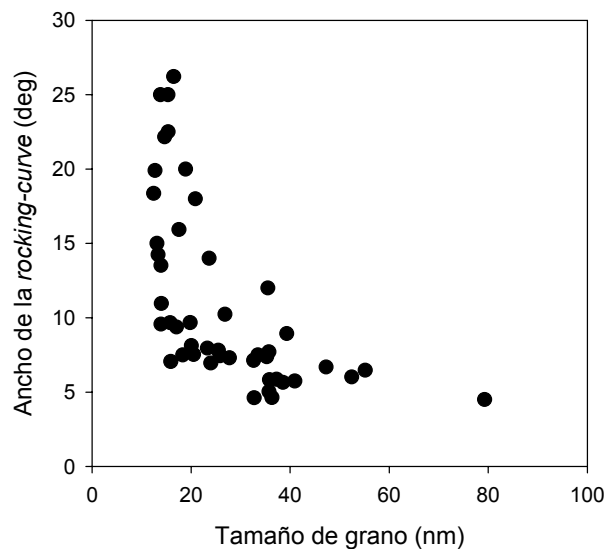


Figura 4.13. Relación entre el tamaño de grano del material y el ancho de la *rocking-curve* alrededor de la reflexión (00.2).

Como puede observarse, cuanto más estrecha es la *rocking-curve* mejor es la cristalinidad de la muestra y el tamaño de grano aumenta. No obstante, este hecho no debe inducir a relacionar ambos parámetros entre sí; tan sólo indica que la calidad cristalina mejora o empeora de forma global al variar las condiciones de depósito y que por tanto los parámetros que la definen (tamaño de grano y ancho de la *rocking-curve*) varían de forma similar. A pesar de ello hay excepciones, ya que existen muestras con tamaños de grano similares y *rocking-curves* muy distintas.

Por último, para poder tener una idea de la rugosidad del material obtenido se han llevado a cabo algunas medidas de AFM y SEM. La figura 4.14 muestra una imagen de AFM típica de una lámina bien orientada y con buena cristalinidad. Las rugosidades medias obtenidas (utilizando el valor cuadrático medio) siempre han sido menores de 15 nm.

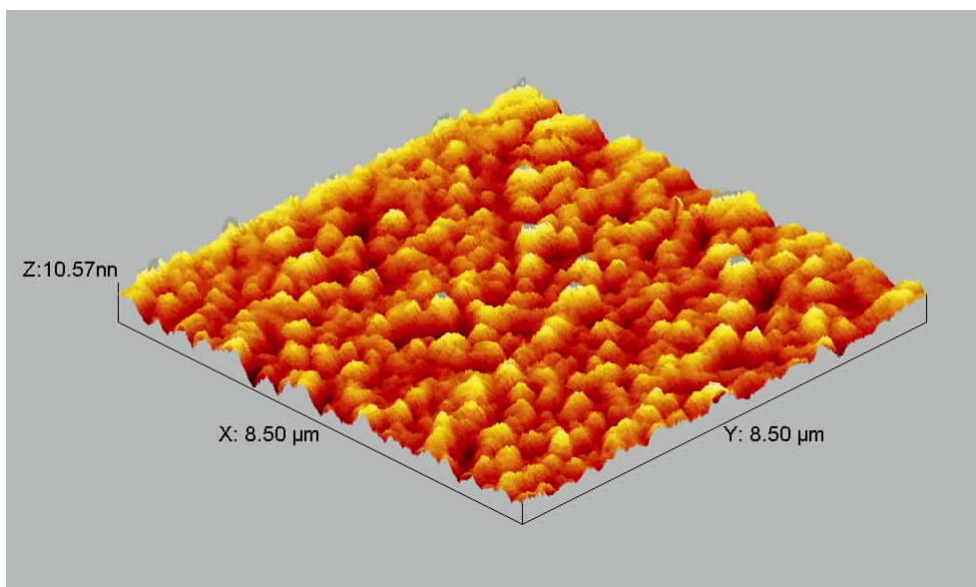


Figura 4.14. Imagen de AFM típica de una muestra de nitruro de aluminio.

En la figura 4.15 se muestra una fotografía de la superficie de una muestra con orientación pura (00.2) tomada en el microscopio electrónico de barrido. En ella se observa que la lámina esta formada por columnas cuya base mide unos 60 nm de diámetro.

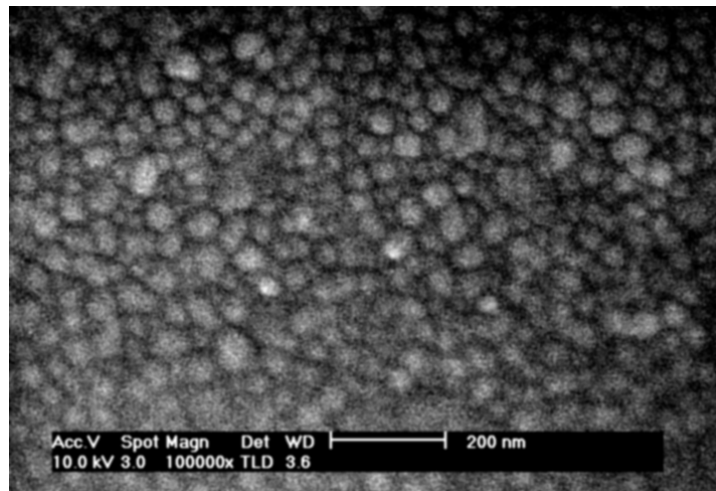


Figura 4.15. Imagen SEM de la superficie de una muestra de nitruro de aluminio.

4.1.4. ESTRÉS RESIDUAL

Como ya se ha explicado, para conseguir películas con orientación (00.2) es necesario que se produzca un bombardeo energético del sustrato. Sin embargo, un efecto adicional de este bombardeo es la generación de un estrés residual en el material, cuyo origen no está muy claro. Una de las teorías más admitidas atribuye el estrés residual compresivo a los defectos en el interior de la estructura cristalina producidos por el retroceso atómico y la implantación iónica que tienen lugar durante el crecimiento bajo bombardeo iónico [Este87, Six02]. En el apartado 4.3.2.1 se explicará cómo este estrés compresivo está relacionado con la existencia de átomos de argón implantados en las películas de nitruro de aluminio, corroborando esta hipótesis de partida. El estrés residual en las películas de nitruro de aluminio es un factor de gran importancia tecnológica en la fabricación de dispositivos que debe ser controlado y minimizado en la medida de lo posible. Algunos autores [Jagannadham98, Dubois01, Prokofyeva01] han detectado su presencia en películas de AlN, relacionando su valor y su signo con las condiciones de depósito. Los valores del estrés residual presentados se han obtenido utilizando el método de [Stoney09] descrito en el apartado 3.3 a partir de las medidas de la curvatura de los sustratos.

La figura 4.16 muestra la variación del estrés residual en función de la tensión de polarización del sustrato para muestras depositadas a tres presiones de trabajo distintas:

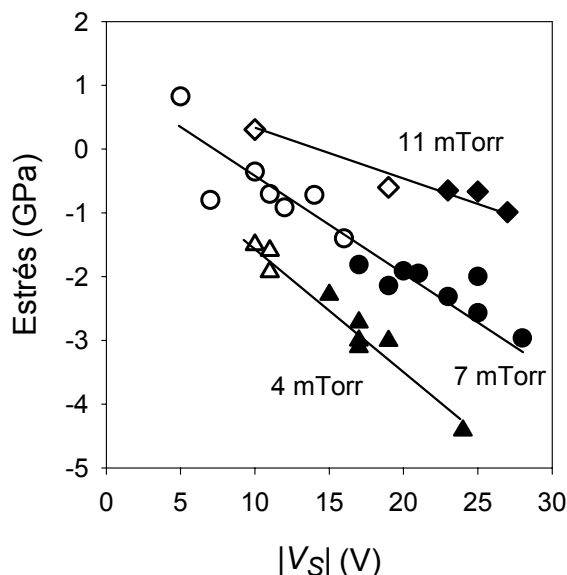


Figura 4.16. Estrés residual en función de la tensión de polarización del sustrato para muestras depositadas a distintas presiones. Los símbolos llenos corresponden a películas con orientación preferente (00.2) y los símbolos vacíos a películas con otras orientaciones.

Como puede comprobarse, la variación del estrés residual es similar para las tres presiones estudiadas: a medida que va disminuyendo la tensión de polarización del sustrato el estrés se hace cada vez menos compresivo, e incluso tensil para las presiones de depósito más altas, lo cual coincide con lo hallado por otros autores [Este87, Dubois01, Lee03] (sin embargo, dichos trabajos normalmente no hacen mención explícita de la orientación de las láminas estudiadas). Esta variación se debe a que al aumentar el valor de la tensión de polarización el bombardeo iónico del sustrato es cada vez más fuerte, por lo que produce una mayor densidad de defectos en la red cristalina que generan un estrés residual más acusado. Por otro lado, se observa que cuanto mayor es la presión de trabajo el estrés es menor, ya que al aumentar la presión las partículas responsables del bombardeo del sustrato sufren más colisiones con el gas de la descarga, por lo que su energía y su direccionalidad disminuyen, como ya se explicó en el apartado dedicado a la técnica de depósito. Debido a esto, estas partículas generan un daño menor en la película en crecimiento y el estrés de las muestras correspondientes es menor (en valor absoluto) que en

muestras depositadas a presiones más bajas, lo cual justifica los resultados que se muestran en la figura anterior.

La figura 4.16 muestra además cómo existe una tensión de polarización mínima que garantiza un bombardeo del sustrato suficientemente energético como para asegurar la orientación preferente (00.2), cuyo valor depende de la presión total de trabajo. Esto sugiere que un sustrato polarizado a una mayor tensión es bombardeado por partículas que, a pesar de haber sufrido un gran número de colisiones debido a la alta presión, llegando al sustrato con un ángulo de incidencia pequeño y reduciendo el efecto de la implantación iónica y el retroceso atómico, son capaces de aportar suficiente energía como para obtener orientación (00.2). Este resultado demuestra que polarizando el sustrato con un valor de tensión suficientemente alto como para garantizar un crecimiento preferente según el eje c es posible obtener películas con poco estrés aumentando la presión de depósito.

En la siguiente figura se esquematizan las distintas situaciones. La figura 4.17.a muestra cómo cuando la tensión de polarización del sustrato es elevada los iones de argón generan más defectos, pero a la vez proporcionan suficiente energía a los adátomos como para que el crecimiento tenga lugar con la orientación adecuada. Al subir la presión, como puede verse en la figura 4.17.b, la direccionalidad del bombardeo se pierde y el porcentaje de iones de argón con incidencia rasante aumenta. Estos iones generan menos daño en profundidad, aunque siguen proporcionando suficiente energía cinética a los adátomos de la superficie para que la película crezca con orientación (00.2).

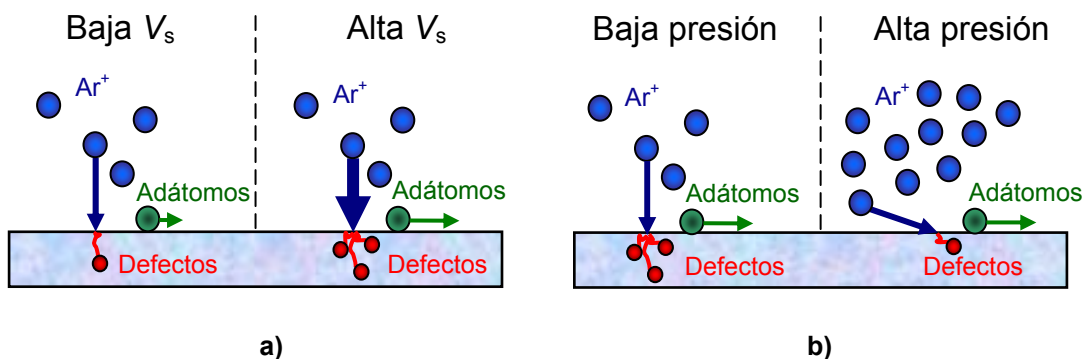


Figura 4.17. Esquema del mecanismo de aporte de energía a los adátomos de la película durante su crecimiento y de la generación de defectos **a)** para distintas tensiones de polarización del sustrato **y b)** para distintas presiones de trabajo.

También se ha estudiado la influencia de la concentración de nitrógeno en el gas de la descarga durante el proceso de pulverización sobre el estrés residual de las películas depositadas. La figura 4.18 representa esta dependencia para películas depositadas con una tensión de polarización de -26 V, todas ellas con una orientación preferente (00.2).

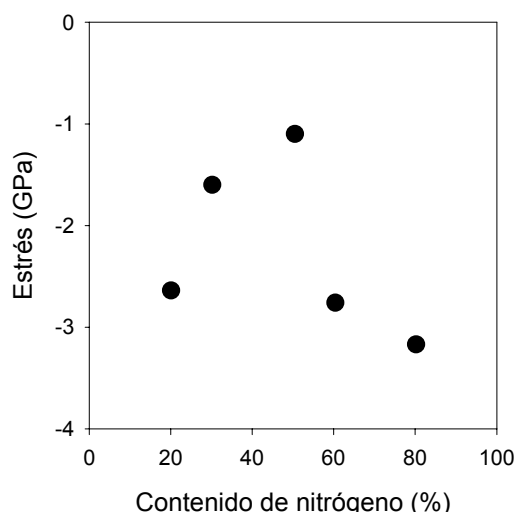


Figura 4.18. Dependencia con el contenido de nitrógeno en el gas de la descarga del estrés residual de películas de nitruro de aluminio depositadas con una tensión de polarización del sustrato de -26 V, una tensión de cátodo de 1.700 V y una presión de trabajo de 5 mTorr.

Esta variación del estrés con el contenido de nitrógeno de la descarga es el resultado de dos mecanismos que compiten entre sí. Cuando el contenido de nitrógeno es bajo, la concentración de iones de argón en el gas es alta. Puesto que la presión de trabajo es relativamente baja (5 mTorr), estos iones bombardean el sustrato de forma bastante energética y direccional, generando gran cantidad de defectos en la estructura del material que se está depositando y, por tanto, aumentando su estrés residual. A medida que la proporción de nitrógeno en el gas de la descarga va aumentando, la cantidad de Ar^+ va disminuyendo, lo cual explica la reducción del estrés que se puede observar en la figura 4.18 para valores de la concentración de nitrógeno por debajo del 50%. Sin embargo, para concentraciones mayores, las contribución al aporte energético al sustrato de las especies relacionadas con el nitrógeno presentes en el plasma (principalmente los iones N^+ y N_2^+) empieza a ser significativa. Por otra parte, como ya se ha mencionado anteriormente, el potencial del plasma aumenta al aumentar su contenido en nitrógeno. Como consecuencia, el

estrés comienza a aumentar de nuevo, de acuerdo con lo que puede verse en la figura anterior. Este efecto que tiene lugar para concentraciones de nitrógeno superiores al 50% ya ha sido observado con anterioridad por otros autores [Drüsedau00, Dubois01, Este86]. Los altos valores de estrés que corresponden tanto a las concentraciones altas como a las concentraciones bajas de nitrógeno aparecen de forma paralela al empeoramiento de la calidad cristalina de las películas que ya se discutió al hablar de la figura 4.10.

Por último, se presenta la influencia de la tensión de cátodo durante el depósito del material en su estrés residual. La figura 4.19 muestra la relación entre ambos para una serie de muestras depositadas manteniendo el resto de parámetros de depósito constantes de forma que el material obtenido tiene una orientación preferente (00.2) en todos los casos:

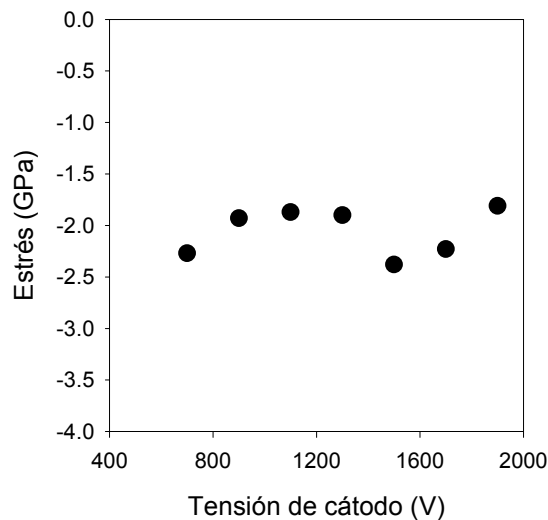


Figura 4.19. Estrés residual en función de la tensión de cátodo para una serie de muestras depositadas a una presión de 5 mTorr, con una concentración de nitrógeno del 20% y una tensión de polarización del sustrato de -26 V.

Como puede verse, el estrés residual permanece prácticamente constante (en torno a -2 GPa) para todas las películas analizadas. La concentración de nitrógeno en el gas de la descarga para estas muestras es del 20%, que es un valor suficientemente bajo como para que el bombardeo sea llevado a cabo predominantemente por los iones de argón, que no se ven afectados de forma significativa por variaciones en la tensión de cátodo. Otros autores [Kusaka00] han observado que, para concentraciones

de nitrógeno mucho mayores, el efecto de la tensión de cátodo en el estrés residual del nitruro de aluminio es importante debido a un probable aumento en la cantidad de partículas neutras reflejadas, como ya han observado otros autores. En nuestro sistema, la contribución de estos átomos neutros de alta energía no parece ser dominante en ningún caso, aunque no se ha estudiado con mucha profundidad el proceso con altos contenidos de nitrógeno.

4.1.5. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL DEL MATERIAL MEDIANTE ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJOS

Ya se vio en el apartado 3.2.2.1 que el aspecto típico de un espectro de absorción de FT-IR para una película de nitruro de aluminio policristalino es el que se muestra a continuación:

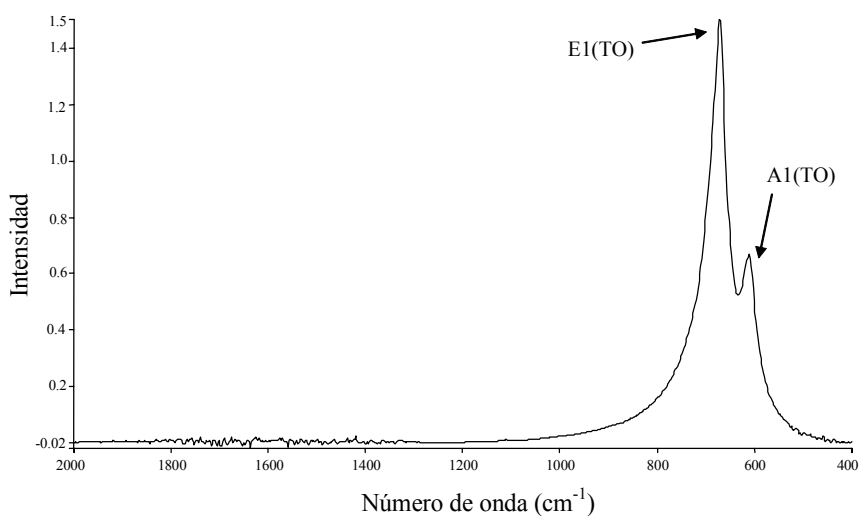


Figura 4.20. Espectro típico de absorción de infrarrojos medido por transmisión para una película de AlN policristalino.

Puesto que el nitruro de aluminio con estructura *wurtzita* tiene cuatro átomos en la celda unidad, existen nueve modos ópticos y tres modos acústicos para $k \approx 0$ (en el centro de la zona de Brillouin) [Collins67]. De entre todos estos modos, sólo los modos A1 y E1 pueden activarse por la radiación infrarroja [Zhang01b, Yang02]. Como ya se explicó, la existencia de los dos picos que aparecen en la figura anterior se debe a la excitación por parte de la señal incidente de los modos ópticos E1(TO) y A1(TO)

(esquematzados en la figura 4.21) debido a la diferencia de electronegatividad entre los átomos de nitrógeno y los de aluminio en la molécula de AlN.

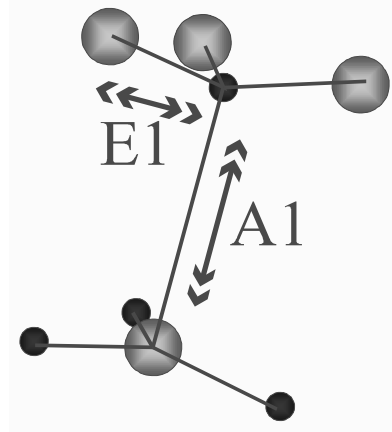


Figura 4.21. Modos E1(TO) y A1(TO) en la molécula de nitruro de aluminio.

El modo E1(TO) en 672 cm^{-1} se excita por un campo eléctrico perpendicular al eje *c* de la molécula, mientras que el modo A1(TO) en 612 cm^{-1} se excita por un campo paralelo a dicho eje. Por lo tanto, el aspecto de los dos picos del espectro dará información sobre la posición de las moléculas de nitruro de aluminio y, por tanto, de la orientación de los microcristales, respecto al haz de luz incidente.

El método comúnmente utilizado para determinar la calidad cristalina de las películas policristalinas es la difracción de rayos X, ya que proporciona de forma directa medidas de la orientación cristalina, el estrés y el tamaño de grano. Sin embargo, ésta es una técnica relativamente cara y las medidas llevan mucho tiempo, mientras que, por el contrario, la espectroscopía de absorción de infrarrojos por transformada de Fourier es una técnica rápida y más barata. Como ya se ha mencionado, el aspecto de los picos de los espectros de FT-IR del nitruro de aluminio está relacionado con la orientación del material, por lo que dicha técnica podría ser una alternativa a las medidas habituales de XRD. Comparando los difractogramas de rayos X de películas con distintas orientaciones con los espectros de transmisión de FT-IR correspondientes es posible comprobar que existe una relación entre ellos:

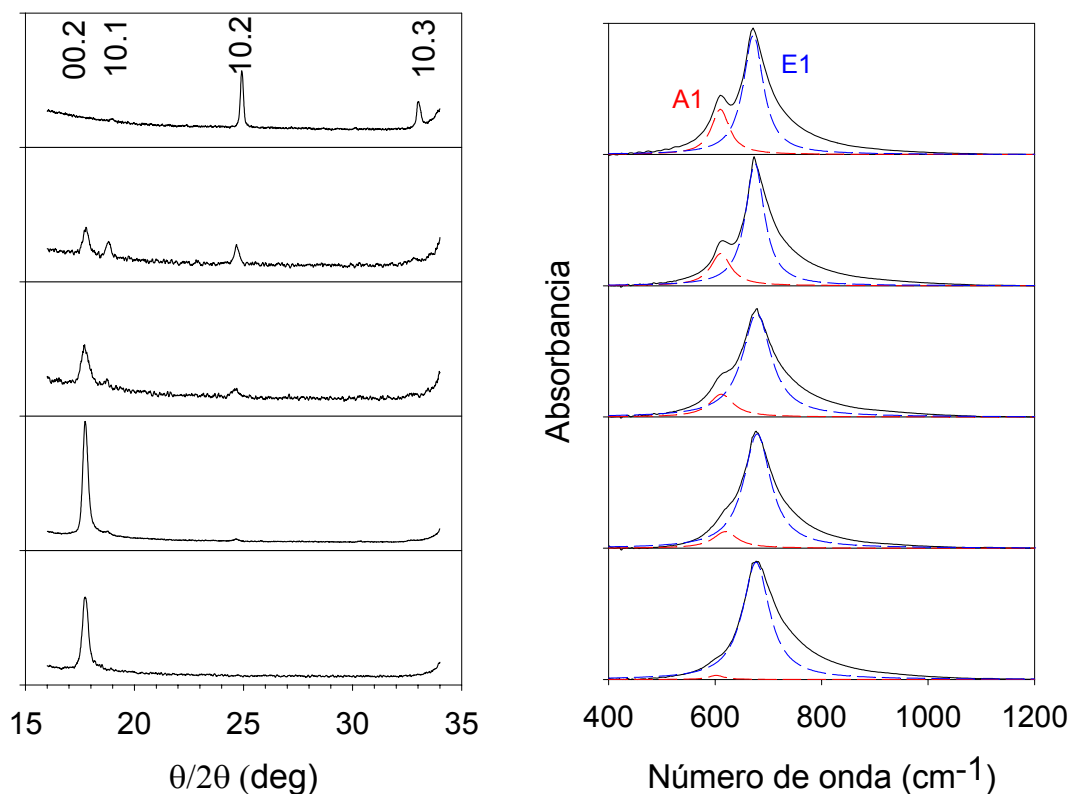


Figura 4.22. Difractogramas de rayos X y espectros de transmisión de FT-IR para películas con distintas orientaciones cristalinas.

Como puede observarse, a medida que las películas se van orientando según el eje *c* (es decir, cuanto mayor es la orientación preferente (00.2)), menor es el área integral bajo la lorentziana correspondiente al modo A1(TO) en el espectro de FT-IR. Para poder comparar de forma cuantitativa ambos tipos de medidas se ha definido una figura de mérito para cada una de ellas. En el caso de los difractogramas de rayos X se utiliza el grado de orientación (00.2) ya mencionado en el apartado 4.1.3. Para los espectros de FT-IR se ha tomado como figura de mérito la relación entre el área integrada bajo la lorentziana correspondiente al modo A1(TO) y la integrada bajo la lorentziana correspondiente al modo E1(TO). La figura 4.23 muestra la relación entre ambas figuras de mérito:

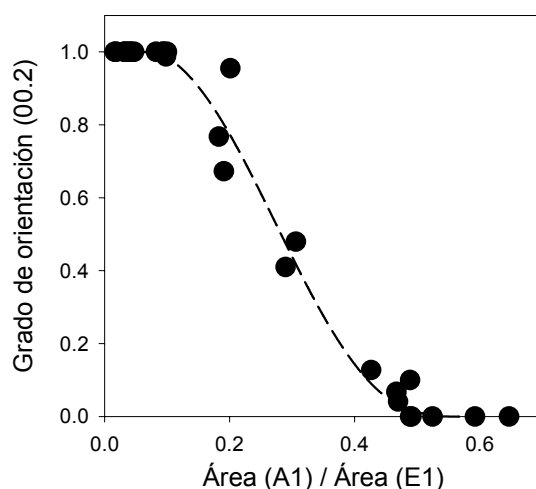


Figura 4.23. Relación entre el grado de orientación (00.2) de las películas de nitruro de aluminio medido por XRD y el cociente entre las áreas de las dos lorentzianas utilizadas para ajustar los espectros de transmisión de FT-IR.

El valor del cociente entre las áreas de los picos de FT-IR es casi nulo (menor del 0'1%) para aquellas películas que tienen una orientación preferente (00.2), como puede verse en la figura 4.23. Por el contrario, en el momento en el que el difractograma de XRD empieza a mostrar picos correspondientes a otras reflexiones el cociente entre las áreas de las lorentzianas del ajuste de los espectros de FT-IR va aumentando gradualmente hasta alcanzar valores superiores a 0'5 cuando las películas correspondientes no tienen pico para la reflexión (00.2), pero sí para las reflexiones (10.1), (10.2) y (10.3).

Este comportamiento puede explicarse teniendo en cuenta que, como ya se ha indicado, la componente del campo eléctrico incidente perpendicular al eje *c* de la molécula excita el modo E1(TO), mientras que la componente paralela a dicho eje excita el modo A1(TO). Puesto que los espectros de FT-IR se han medido con incidencia normal, el campo eléctrico transmitido es paralelo a la superficie de la muestra. Las películas con orientación (00.2) pura tienen el eje *c* perpendicular a la superficie de la muestra, por lo que presentan un pico correspondiente al modo E1(TO) muy intenso y un pico correspondiente al modo A1(TO) prácticamente inexistente. Éste último no debería estar presente en películas completamente orientadas según el eje *c*, como han observado diversos autores [Pastrňák69, Ogawa97, Randriamora97, Jagannadham98, Gadenne98]; sin embargo, incluso en las mejores muestras estudiadas, que sólo muestran el pico correspondiente a la reflexión

(00.2), aparece un débil rastro del pico del modo A1(TO), debido a una ligera inclinación de algunos granos respecto a la dirección perpendicular a la superficie (como indica la anchura no nula de la *rocking-curve* alrededor del ángulo de Bragg de dicha reflexión). Para estos granos el campo eléctrico tiene componentes paralela y perpendicular a su eje *c*, excitando ambos modos transversales ópticos. A medida que aparecen granos con el eje *c* inclinado respecto a la normal a la superficie se va favoreciendo más la observación del modo A1(TO), con lo que el cociente entre las áreas de los modos E1(TO) y A1(TO) aumenta, de acuerdo con los resultados mostrados en las figuras 4.22 y 4.23.

Por otra parte, el estrés residual presente en el material distorsiona la celda unidad, produciendo variaciones en la energía de las bandas de absorción de infrarrojos. Debido a esto, las variaciones en la posición de los modos A1(TO) y E1(TO) pueden dar una indicación del estrés residual al que está sometida la película. La siguiente figura representa la relación entre el valor del estrés residual de las películas y la posición de sus modos de vibración:

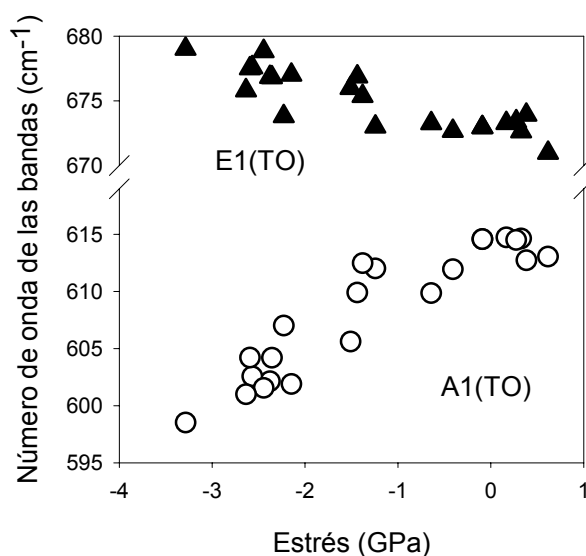


Figura 4.24. Dependencia de la energía del pico de las bandas de los modos de vibración E1(TO) y A1(TO) con el estrés residual de las películas delgadas de nitruro de aluminio policristalino.

Como puede observarse, la energía del modo E1(TO) aumenta a medida que el estrés pasa de ser tensil (positivo) a ser compresivo (negativo), de acuerdo con los resultados obtenidos por otros investigadores que trabajan con espectroscopía Raman

[Prokofyeva01]. Simultáneamente, la energía del modo A1(TO) disminuye al hacerse el estrés más compresivo. Por lo tanto, la energía de cada uno de los modos varía con el estrés de forma opuesta. Este comportamiento puede atribuirse al efecto Poisson, es decir, a la dilatación de la celda unitaria del cristal en dirección perpendicular a la superficie al contraerse la celda en el plano de la superficie, o viceversa. Puesto que cada uno de los modos responde a una componente del campo eléctrico distinta, el efecto Poisson causa desplazamientos de signo opuesto en las películas de AlN sometidas a estrés biaxial.

A menudo se utiliza el ancho a mitad de altura de los picos de las bandas de absorción como un indicador de la calidad cristalina de las películas [Huang96, Jagannadham98, Aardahl99], mejor cuanto más estrechos sean los picos. La figura 4.25 muestra cómo el ancho del pico del modo E1(TO) aumenta con el estrés compresivo, mientras que el del modo A1(TO) no depende de él. Sin embargo, no se ha podido encontrar una explicación satisfactoria de este fenómeno.

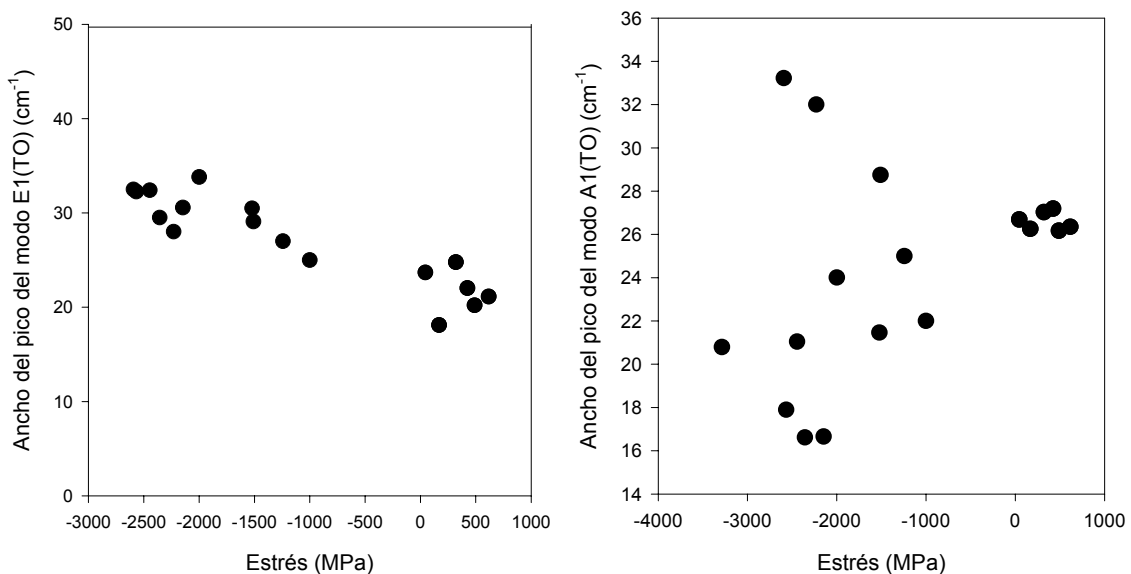


Figura 4.25 Dependencia del ancho a mitad de altura de los picos de los modos E1(TO) y A1(TO) con el estrés residual de las películas de AlN.

Por otro lado, no se ha encontrado ninguna relación entre el tamaño de grano (determinado por XRD) y el ancho de los picos de las bandas de absorción de infrarrojos. Los datos obtenidos se muestran en la figura siguiente:

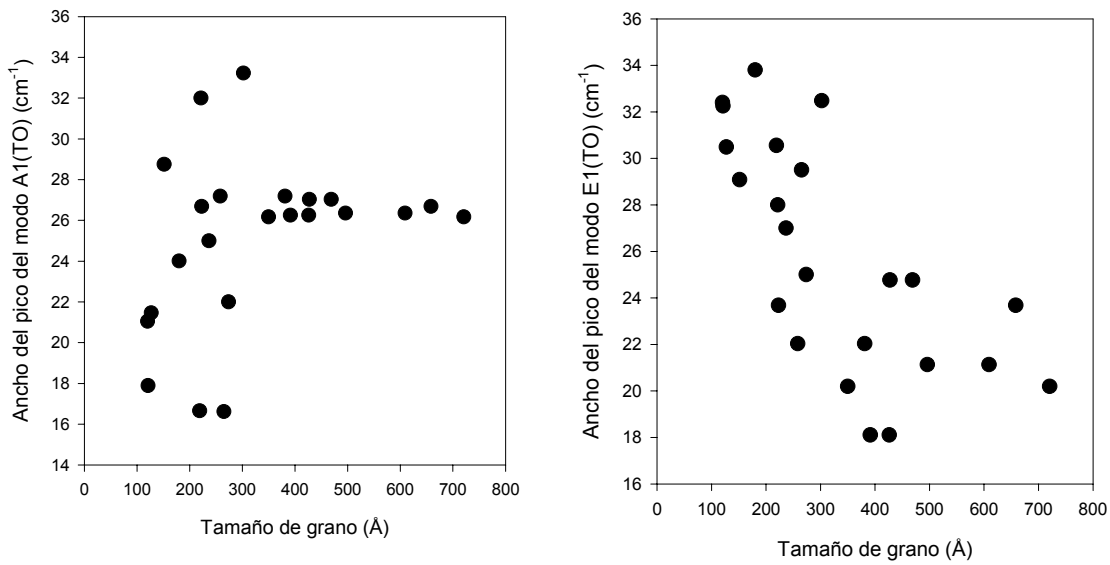


Figura 4.26. Ancho a mitad de altura de los picos de los modos de FT-IR frente al tamaño de grano determinado por XRD.

Como se ha explicado en el apartado 3.2, también se han estudiado en algunos casos las propiedades del material utilizando reflexión de infrarrojos. Esta técnica proporciona una información similar a la proporcionada por las medidas de transmisión y es útil para los casos en los que no pueden llevarse a cabo medidas de transmisión, al estar la película de nitruro de aluminio depositada sobre un sustrato metálico que impide la transmisión de la luz. La forma típica de un espectro obtenido mediante reflexión de infrarrojos, como ya se vio en el apartado 3.2.2.2, es la que aparece en la figura 4.27:

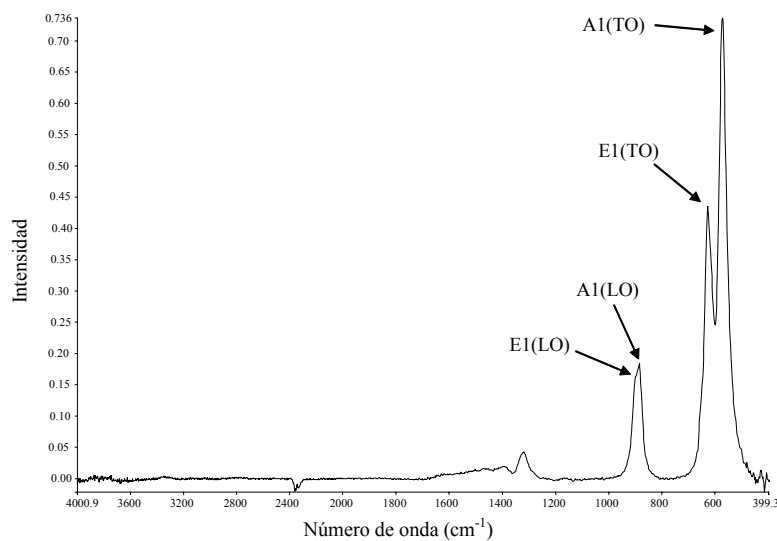


Figura 4.27. Espectro típico de reflexión de infrarrojos para una película de AlN policristalino.

Como se explicó en dicho apartado, además de los picos correspondientes a los modos E1(TO) y A1(TO), en las medidas de reflexión aparece el correspondiente al modo A1(LO) en una zona cercana a los 895 cm^{-1} , así como el correspondiente al modo E1(LO) en torno a los 905 cm^{-1} . Comparando las medidas obtenidas por reflexión de infrarrojos con las obtenidas por transmisión se puede comprobar que este último pico aparece sólo en las muestras que también presentan un doble pico en las medidas de transmisión. Por tanto, la aparición de este pico en las medidas de reflexión sería una indicación de la existencia de cristales con orientaciones distintas de la (00.2) en el material.

Por otra parte, se ha comprobado que existe una relación entre la posición del pico correspondiente al modo A1(LO) y el estrés al que está sometido el material, como puede verse en la figura 4.28:

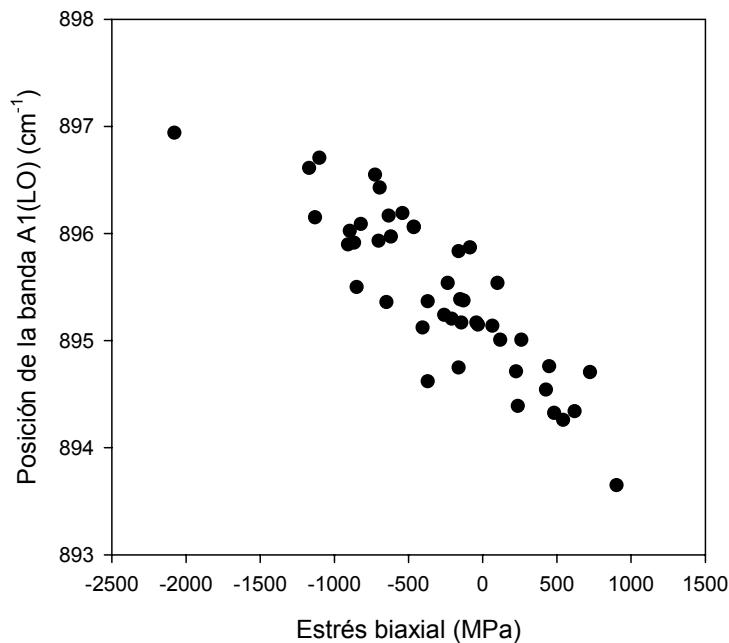


Figura 4.28. Relación entre el estrés de las películas y la posición del pico de reflexión de infrarrojos correspondiente al modo A1(LO).

Cuanto menor es el estrés de las películas más cercano se encuentra el pico de infrarrojos a los 895 cm^{-1} ; cuando el estrés es compresivo se desplaza dicho pico hacia números de onda mayores, mientras que para un estrés tensil el desplazamiento del pico tiene lugar en sentido contrario. Al igual que en las medidas de transmisión,

estas diferencias en la energía del pico se deben a la deformación de la celda unidad a causa del estrés.

Esta modalidad de reflexión se ha utilizado sólo como técnica auxiliar en los casos en los que no es posible utilizar la modalidad de transmisión, por encontrarse depositada la lámina de nitruro de aluminio sobre sustratos metálicos que reflejan la luz que llega a ellos. Los resultados presentados demuestran que la espectroscopía de absorción de infrarrojos por transformada de Fourier, tanto en modo de transmisión como en modo de reflexión, puede utilizarse de forma rutinaria como técnica de caracterización estructural de películas de nitruro de aluminio policristalino, ya que permite el estudio de características como su orientación cristalina o su estrés residual.

4.2. RESPUESTA PIEZOELÉCTRICA DEL MATERIAL

Como se ha ido comentando en apartados anteriores, las características cristalinicas del material (orientación de los cristales, *rocking-curve*, tamaño de grano) condicionan sus propiedades piezoeléctricas. La forma más directa de medir dichas propiedades es a través del tensor coeficiente piezoeléctrico \mathbf{d} , que relaciona directamente el campo eléctrico aplicado con la deformación que sufre el material. Las componentes de dicho tensor que describen la propagación de ondas acústicas son d_{33} y d_{31} . La primera de ellas relaciona el campo aplicado en la dirección del eje c con la deformación en la misma dirección, y describe la propagación de ondas acústicas de volumen. La segunda componente relaciona el campo aplicado en la dirección perpendicular al eje c con la deformación que tiene lugar en paralelo a dicha dirección, y describe la propagación de ondas acústicas de superficie. En una estructura de tipo *wurtzita* ambos parámetros están relacionados teóricamente a través de

$$d_{31} = -\frac{1}{2} d_{33} \quad (4.1)$$

Puesto que en este trabajo se han utilizado estructuras de ondas acústicas de superficie para caracterizar piezoeléctricamente el material se utilizará el parámetro d_{31} como medida de la respuesta piezoeléctrica. Tal y como se dijo en el apartado 1.1.2, el

parámetro que realmente se mide es el acoplo electromecánico k_{31}^2 , que se relaciona con el coeficiente piezoeléctrico a través de la siguiente ecuación:

$$k_{31}^2 = \frac{d_{31}^2 \cdot c_{11}}{\epsilon_{33}} \quad (4.2)$$

siendo c_{11} la constante elástica y ϵ_{33} la constante dieléctrica (que pueden considerarse iguales para todas las láminas utilizadas). Como ya se indicó en el apartado 3.6.1, para simplificar se omitirán los subíndices de k_{31}^2 cuyos valores son, según la ecuación anterior, proporcionales a los valores de d_{31}^2 y han sido obtenidos a partir de las medidas de los parámetros S de los filtros SAW utilizando el método que se describirá con detalle en el apartado 5.1. En este apartado se explica cómo influyen las distintas propiedades cristalinas del material en su comportamiento piezoeléctrico, concretamente en el valor de k^2 , aspecto que hasta ahora sólo se ha estudiado parcialmente [Liaw95, Flannery02].

4.2.1. INFLUENCIA DE LA ORIENTACIÓN DE LAS PELÍCULAS EN SU COEFICIENTE DE ACOPLO ELECTROMECAÁNICO

Es algo comúnmente admitido que puedan aparecer ondas Rayleigh en películas de nitruro de aluminio policristalino éstas deben tener una orientación preferente según el eje c [Liaw93]. La figura 4.29 muestra el valor de k^2 del AlN frente al grado de orientación (00.2) del material (parámetro que se definió en el apartado 4.1.3). Puede observarse en dicha figura que el valor de k^2 es significativamente alto sólo en películas con un 100% de orientación (00.2); sin embargo, el que una película esté completamente orientada según el eje c no garantiza un valor elevado de k^2 . La gran dispersión que aparece en el valor del coeficiente de acoplo electromecánico en películas con dicha orientación se debe, como se verá más adelante, a la influencia de otros factores, como son el ancho de la *rocking-curve* correspondiente a la reflexión (00.2) en el difractograma de rayos X, el tamaño de grano del material o la posible presencia de impurezas (cuya influencia en las propiedades del material se estudiará en el apartado 4.3).

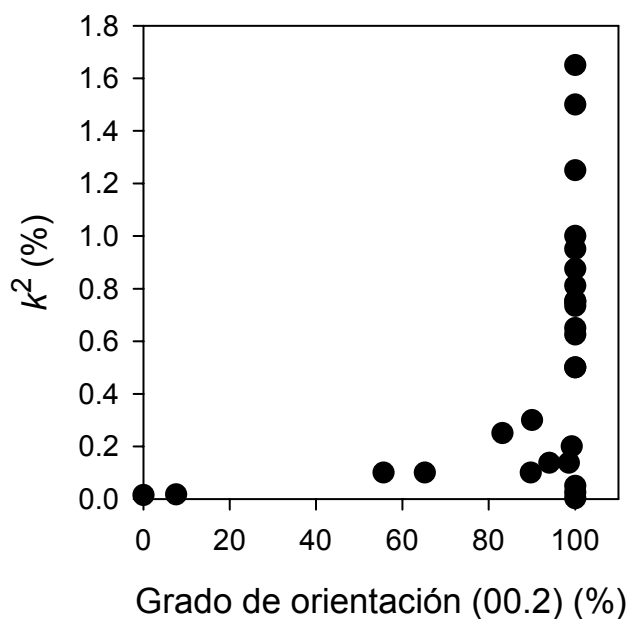


Figura 4.29. Coeficiente de acoplo electromecánico k^2 frente al grado de orientación (00.2) de películas de AlN crecidas con diferentes condiciones de depósito.

Las láminas con mejor respuesta piezoeléctrica que se han obtenido alcanzan un valor de k^2 de 1'65%, que corresponde a un valor de d_{31} de 2'13 pm/V (utilizando los valores de c_{11} y ϵ_{33} que se indicaron en el apartado 1.1.2). Este valor es próximo a los mejores que se pueden encontrar en la literatura, tanto para material depositado por pulverización [Dubois99a, Mortet04, Zinck04] como para material crecido epitaxialmente [Tsubouchi85, Guy99].

Como se explicó en el apartado 4.1.2, el control de los parámetros de depósito, y en especial de la tensión de polarización del sustrato, hace posible obtener películas con orientación pura (00.2) para cualquier presión de trabajo. Por lo tanto, las condiciones de depósito del material influirán también en su respuesta piezoeléctrica. La figura 4.30 muestra cómo varía el coeficiente k^2 con la tensión a la que se polariza el sustrato durante el depósito del material para distintos valores de la presión total en la cámara de depósito.

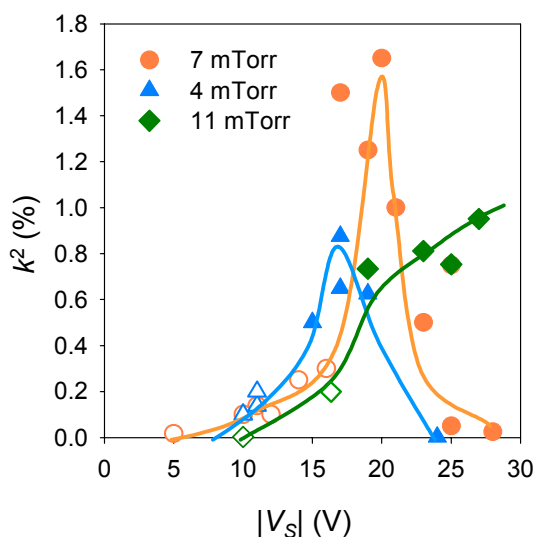


Figura 4.30. Coeficiente de acoplo electromecánico en función de la tensión de autopolarización del sustrato para tres presiones de trabajo distintas. Los símbolos llenos corresponden a películas con orientación preferente (00.2) y los símbolos vacíos a películas con otras orientaciones adicionales.

De acuerdo con los resultados anteriores, las láminas crecidas para valores de V_s bajos tienen una orientación mezclada (representada por símbolos vacíos en la figura anterior), puesto que no se ha suministrado suficiente cantidad de energía a los adátomos en la superficie de la lámina en crecimiento. Por lo tanto, dichas láminas presentan una mala respuesta piezoeléctrica. Para cada presión existe un valor de V_s por encima del cual las películas presentan una orientación (00.2) pura y valores más altos de k^2 . Dicho valor de la tensión de polarización del sustrato aumenta al aumentar la presión. Cuanto mayor es la presión de trabajo hay más partículas en el gas de la descarga y más colisiones entre ellas y los iones acelerados; por lo tanto, el potencial que los atrae debe aumentar para compensar las pérdidas de energía sufridas en dichas colisiones. La figura 4.30 muestra cómo para cada presión existe un valor de V_s para el que el coeficiente de acoplo electromecánico es máximo. La razón por la que a partir de este valor de V_s el valor de k^2 disminuye a pesar de que la lámina siga teniendo una orientación (00.2) preferente es el deterioro de su calidad cristalina causado por un bombardeo demasiado intenso (datos que concuerdan con los presentados en la tabla 4.1 y la figura 4.12).

Como se ha explicado en el apartado 4.1.5, la espectroscopía de infrarrojos también permite obtener información sobre el grado de orientación según el eje c de las películas. El cociente entre las áreas de los picos correspondientes al modo

A1(TO) en 612 cm^{-1} y E1(TO) en 672 cm^{-1} , en las medidas de transmisión, y entre las alturas del pico A1(LO) en 895 cm^{-1} y del E1(LO) en 905 cm^{-1} , en las medidas de reflexión, son los parámetros que dan una medida del grado de orientación de las láminas (en el segundo caso se han utilizado las alturas de los picos, ya que son propocionales al área bajo ellos, al ser su anchura constante). Las figuras 4.31 y 4.32 muestran la variación de k^2 con dichos parámetros para medidas de transmisión y reflexión, respectivamente.

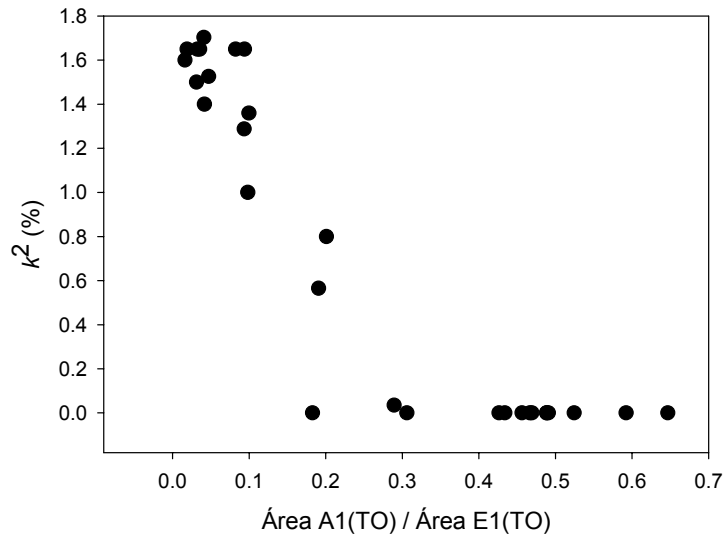


Figura 4.31. Coeficiente de acoplo electromecánico frente al cociente entre las áreas de la banda de transmisión A1(TO) en 612 cm^{-1} y E1(TO) en 672 cm^{-1} .

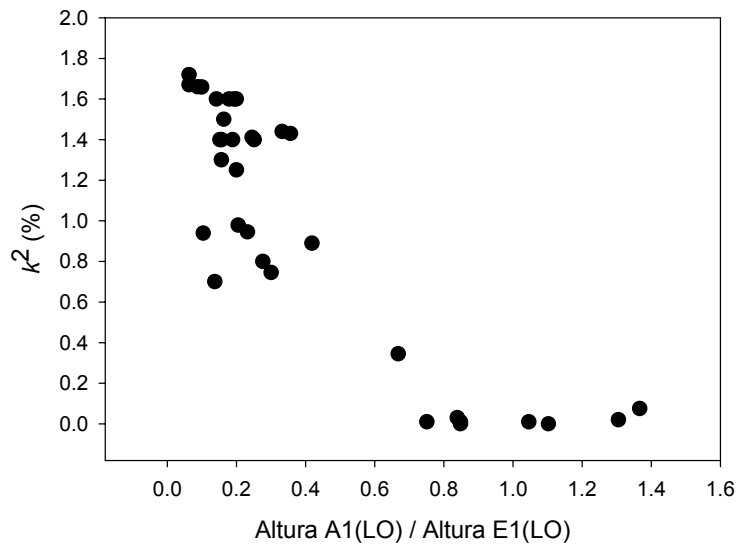


Figura 4.32. Coeficiente de acoplo electromecánico frente al cociente entre las alturas de la banda de reflexión A1(LO) en 895 cm^{-1} y E1(LO) en 905 cm^{-1} .

Puede observarse cómo las medidas de FT-IR confirman que el coeficiente k^2 alcanza valores altos sólo en el caso de que las películas tengan una orientación preferente (00.2). Como puede verse en las figuras anteriores, esto ocurre cuando el cociente entre las áreas de los picos que aparecen en los espectros de transmisión es menor de 0'1 o cuando el cociente entre las alturas de los picos que aparecen en los espectros de reflexión es menor de 0'2. Aunque este método no permite determinar de forma exacta el valor del coeficiente de acoplo electromecánico de las películas de nitruro de aluminio, sin embargo resulta muy útil para predecir la existencia o no de respuesta piezoeléctrica en el material y así evaluar su calidad desde este punto de vista de forma muy rápida.

Por lo tanto, para que una película de nitruro de aluminio presente un valor elevado del coeficiente de acoplo electromecánico no es suficiente con que haya una gran cantidad de material orientado según el eje c , sino que además es necesario que no aparezca ningún rastro de cristales con otras orientaciones. Una vez que esté garantizado que la única orientación presente en las láminas es la (00.2), la mejor o peor respuesta piezoeléctrica vendrá determinada por la calidad cristalina del material, como se verá a continuación.

4.2.2. INFLUENCIA DE LA CALIDAD CRISTALINA DE LAS PELÍCULAS EN SU RESPUESTA PIEZOELÉCTRICA

En el apartado 4.1.3 se presentaban cinco tipos de muestras distintos dependiendo de sus características cristalinas (grado de orientación (00.2), ancho a mitad de altura de la *rocking-curve* correspondiente a la reflexión (00.2) y tamaño de grano). Ya se indicó entonces que dichas características están también relacionadas con las propiedades piezoeléctricas del material. Como ya se comentó, es posible obtener muestras representativas de cada uno de los cinco tipos variando la tensión de polarización del sustrato para una presión de depósito dada. La tabla 4.II muestra los valores típicos de k^2 para cada uno de estos cinco tipos de muestras, relacionándolos con sus propiedades cristalinas (que ya se mostraron en la tabla 4.I) y con el valor de V_S típico para obtenerlas cuando se trabaja a una presión de 7 mTorr.

Tabla 4.II. Relación entre las características cristalinas de distintos tipos de muestras y sus propiedades piezoeléctricas.

Tipo	Grado de orientación (00.2) (%)	Ancho de la <i>rocking-curve</i> (deg)	Tamaño de grano (nm)	V_s (V)	k^2 (%)
A	< 80	> 40	< 10	−10	~ 0
B	80 – 100	3 – 10	25 – 100	−15	< 0'2
C	100	3 – 10	25 – 100	−20	1 – 1'6
D	100	10 – 25	10 – 15	−25	1 – 1'4
E	100	> 40	< 5	−30	< 0'1

Como puede comprobarse, excepto en el caso de que las muestras tengan una calidad cristalina muy pobre (tipos A y E), la variación del coeficiente de acoplo electromecánico con la tensión de polarización del sustrato está relacionada con la orientación cristalina más que con el resto de características del material. Las muestras de los tipos B y C son especialmente ilustrativas, ya que, como se vio en la figura 4.12, ambas presentan un pico (00.2) muy intenso y tienen un tamaño de grano grande; sin embargo, sus valores de k^2 son muy distintos. La única diferencia morfológica entre ellas es que las muestras de tipo B no tienen un grado de orientación (00.2) del 100%. Este resultado indica que la presencia en el difractograma de rayos X de picos correspondientes a otras orientaciones tiene un efecto muy negativo sobre la respuesta piezoeléctrica del material, independientemente de los otros parámetros cristalinos y de acuerdo con los datos presentados en la figura 4.29.

Este comportamiento puede explicarse considerando k^2 como el resultado neto de las contribuciones piezoeléctricas de todos los granos de la película. Cuando todos ellos tienen la misma polaridad sus contribuciones se suman, proporcionando un valor elevado de k^2 (lo cual explica el comportamiento de las muestras de los tipos C y D). En este caso, el tamaño de grano no afecta al valor de k^2 , puesto que el volumen de material que difracta los rayos X es similar en ambos casos (de ahí que la intensidad del pico correspondiente a la reflexión (00.2) sea parecida). En el caso de que los granos con orientación (00.2) tengan polarizaciones de signo opuesto, la respuesta piezoeléctrica neta es prácticamente nula a pesar de la buena calidad cristalina del material si la cantidad de granos polarizados en un sentido es semejante a la cantidad de granos polarizados en el otro (como ocurre para las muestras de tipo B). La presencia de pequeños picos correspondientes a orientaciones que no sean la (00.2)

en el difractograma de rayos X, junto con un valor bajo del coeficiente de acoplo electromecánico, sugiere la existencia de dominios de inversión, tema del que se hablará más adelante.

Por otra parte, las muestras de tipo E, que también presentan un grado de orientación (00.2) del 100%, tienen una calidad cristalina muy mala, con un pico de XRD muy débil, una *rocking-curve* muy ancha y un tamaño de grano muy pequeño, lo cual indica que estas películas están formadas por pequeños cristales embebidos en una matriz de material amorfo. En este caso, el dipolo piezoeléctrico resultante es muy pequeño, debido al pequeño volumen de material cristalino. Por último, las muestras de tipo A tienen una orientación cristalina casi aleatoria, como demuestran la presencia de los picos correspondientes a las orientaciones (10.1), (10.2) y (10.3) y la gran anchura de la *rocking-curve*. Como consecuencia de esto, el valor de k^2 es prácticamente nulo.

Centrando el estudio en las láminas de los tipos B y C, que son las que presentan mejores características cristalográficas, las figuras 4.33 y 4.34 muestran la variación del coeficiente de acoplo electromecánico en función de los parámetros que definen la calidad cristalina, es decir, el tamaño de grano y el ancho de la *rocking-curve*. Como de costumbre, los símbolos vacíos representan las muestras con orientaciones mezcladas (muestras de tipo B), mientras que los símbolos llenos representan muestras con orientación pura (00.2) (muestras de tipo C).

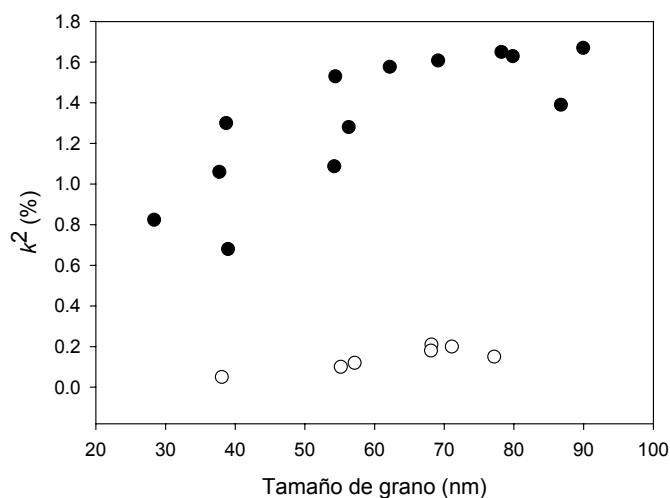


Figura 4.33. Coeficiente de acoplo electromecánico de películas con buena calidad cristalina frente al tamaño de grano de las películas. Los símbolos vacíos representan muestras con orientaciones mezcladas y los símbolos llenos representan muestras con orientación pura (00.2).

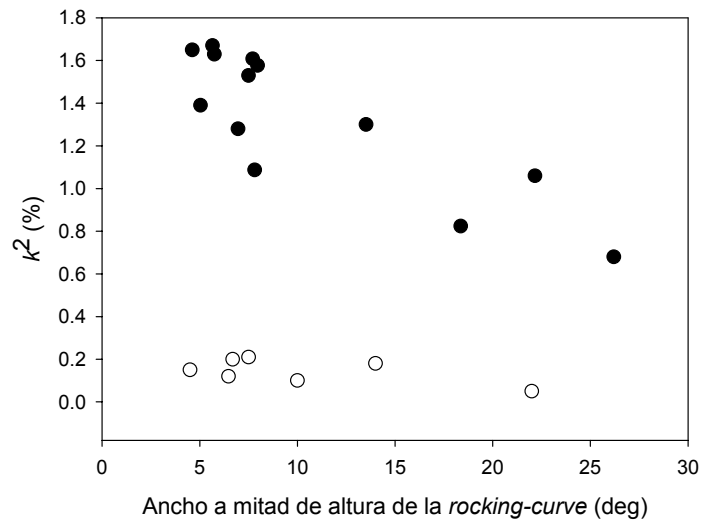


Figura 4.34. Coeficiente de acoplo electromecánico de películas con buena calidad cristalina frente al ancho a mitad de altura de la *rocking-curve* alrededor de la reflexión (00.2). Los símbolos vacíos representan muestras con orientaciones mezcladas y los símbolos llenos representan muestras con orientación pura (00.2).

Se puede observar que cuanto mejor es la calidad cristalina de las muestras (es decir, cuanto mayor es su tamaño de grano y menor es el ancho de la *rocking-curve*) mayores son los valores que alcanza k^2 , siempre y cuando el grado de orientación (00.2) del material sea del 100%. Para este tipo de muestras la respuesta piezoeléctrica sí depende de su calidad cristalina. Sin embargo, cuando el grado de orientación (00.2) es menor la respuesta piezoeléctrica es mala, independientemente de la calidad cristalina del material. El hecho de que las mejores muestras de cada uno de los dos tipos tengan una calidad cristalina parecida indica que el volumen de material cristalino es similar en ambos casos; por este motivo, la explicación de que el efecto piezoeléctrico prácticamente se anule en las muestras de tipo B ha de estar relacionado con la existencia de poblaciones de cristales con polaridades opuestas (dominios de inversión) cuyas contribuciones al comportamiento piezoeléctrico global tienden a anularse entre sí.

Las películas de nitruro de aluminio pueden presentar dos polaridades distintas dependiendo de la colocación de la celda unidad, según el átomo central del tetraedro sea un átomo de aluminio o uno de nitrógeno. La figura 4.35 muestra ambos tipos de polaridad:

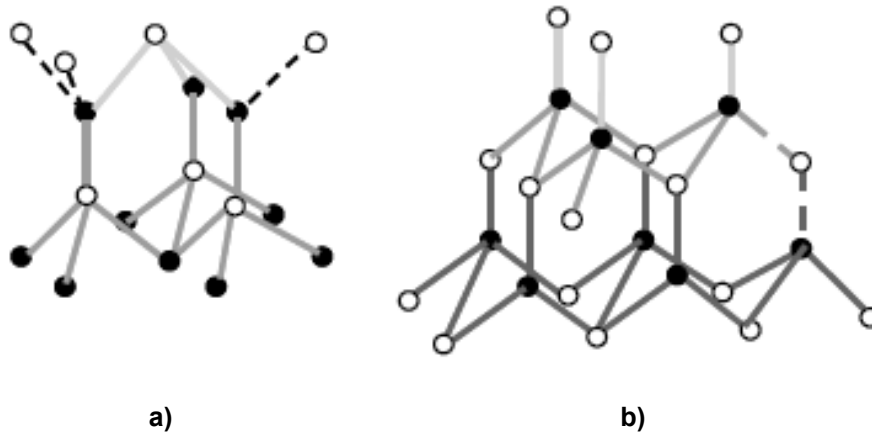


Figura 4.35. Esquema de la estructura atómica del AlN **a)** terminada en aluminio
y b) terminada en nitrógeno. Los átomos blancos son átomos de aluminio
y los átomos negros son átomos de nitrógeno. [Paduano04]

Las propiedades morfológicas del material obtenido dependen en gran medida de su polaridad, ya que las películas terminadas en nitrógeno suelen tener una mayor rugosidad que las terminadas en aluminio, pero en cambio su calidad cristalina es mejor [Paduano04]. Las condiciones iniciales de depósito influyen en gran medida en la polaridad del material obtenido. Aunque en principio podría pensarse que todo el material tiene la misma polaridad, sin embargo es posible que existan zonas en las que los cristales tienen distintas polaridades. La presencia de estos dominios de inversión se ha atribuido a distintas causas, como la naturaleza de la superficie del sustrato [Ruffner99], los defectos extendidos relacionados con la presencia de átomos de oxígeno [Harris90, Hickernell02] o a defectos de maclado [Rodríguez-Navarro97a].

Aunque la existencia de granos con polaridades opuestas está relacionada de alguna manera con la aparición de picos correspondientes a otras reflexiones además de la (00.2) en los difractogramas de rayos X, no ha sido posible determinar de forma definitiva cuál es el mecanismo que los liga entre sí. Se han intentado estudiar diferentes defectos que podrían ser los causantes de este fenómeno. Para ello se han llevado a cabo algunas observaciones con microscopía electrónica de transmisión y se han encontrado granos con distinta polaridad, tal como se puede ver en la figura 4.36:

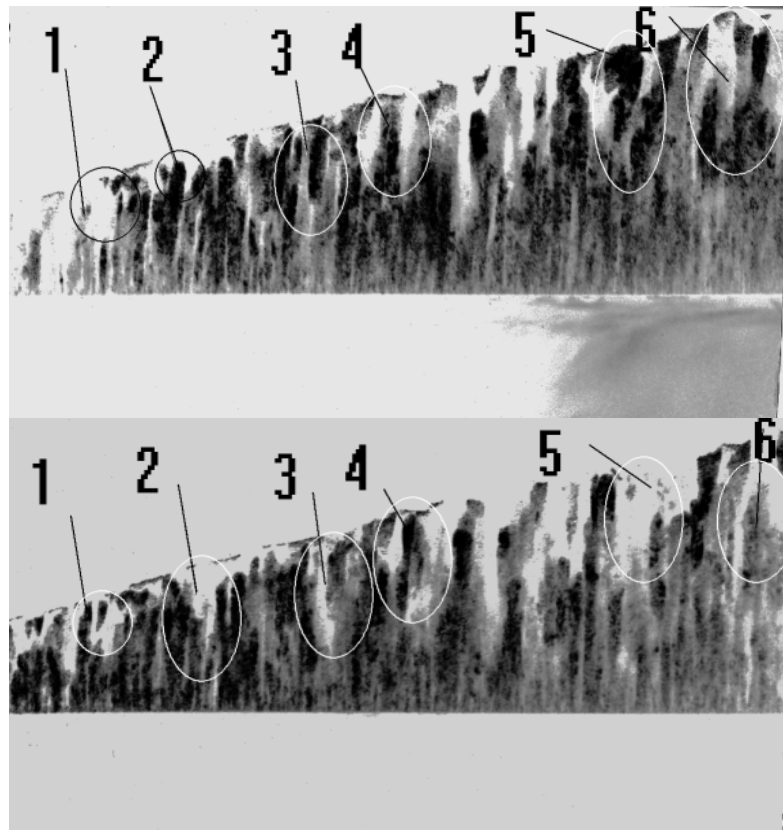


Figura 4.36. Imagen tomada por TEM de granos de nitruro de aluminio con polaridades opuestas.

Estas imágenes, obtenidas en contraste de difracción, muestran regiones de cambios de contraste típicos de fronteras de inversión. Las regiones 1 y 4 muestran cierto contraste residual, y en ellas la inversión no se lleva a cabo en su totalidad. En las regiones 2, 3 y 6 se muestra una frontera perpendicular a la intercara en la que la inversión del contraste es más clara. Por último, en la región 5 el cambio de contraste es claro, aunque la frontera no sigue una línea recta, por lo que la existencia de dominios de inversión es menos probable.

Usando HRTEM (TEM de alta resolución) se han podido observar defectos que podrían ser fronteras entre distintos dominios de inversión, como el mostrado en la figura 4.37. No obstante, no se ha podido determinar con seguridad si este tipo de defectos es predominante ni si es el origen de los picos de difracción de otras orientaciones distintas a la (00.2).

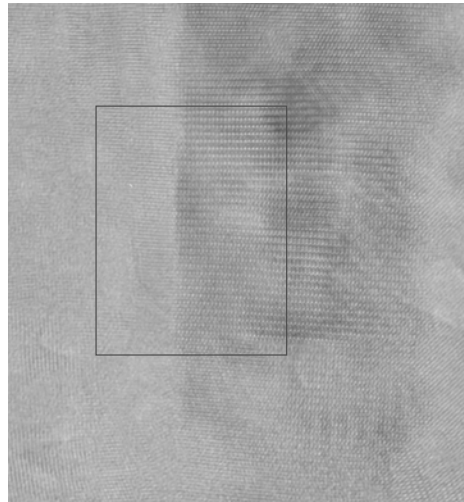


Figura 4.37. Imagen HRTEM de un contraste típico de dominio de inversión.

Otra posible explicación para el descenso de la piezoelectricidad de las muestras de tipo B, crecidas con baja intensidad de bombardeo, podría consistir en la formación de pequeños cristales con orientaciones distintas de la (00.2) que sirven como semilla para el crecimiento de cristales orientados (00.2) con polaridades determinadas por las inestabilidades del proceso y, por tanto, con distribución aleatoria.

Estas posibles explicaciones no dejan de ser tentativas, ya que para demostrar de forma inequívoca la relación entre la aparición de varios picos en los difractogramas de rayos X y la desaparición de la respuesta piezoeléctrica del material serían necesarios estudios más amplios utilizando técnicas a las que no se ha tenido acceso durante la ejecución de este trabajo.

4.3. INFLUENCIA DE LAS IMPUREZAS EN LAS PROPIEDADES DEL MATERIAL

Es bien conocido que la presencia de impurezas en un material afecta a su calidad cristalina. Puesto que la naturaleza y las propiedades de las ondas acústicas que se propagan por el nitruro de aluminio están fuertemente relacionadas con las propiedades cristalinas de dicho material es importante estudiar cómo afectan las

posibles impurezas en las películas (procedentes de las distintas especies presentes en la cámara de depósito) al comportamiento de los dispositivos SAW construidos a partir de ellas. Existen algunos estudios acerca de la influencia de las impurezas en la cristalinidad de las películas de nitruro de aluminio [Liaw93, Engelman00] y en su composición química [Kumar95, Penza95, Dixit01]; en ellos se destaca la influencia de la presencia de oxígeno procedente del gas residual en la cámara de depósito, que se incorpora a la red cristalina y empeora la cristalinidad de las muestras y degrada otras propiedades físicas del material. Mediante una combinación de las técnicas de RBS, NRA y PIGE es posible realizar un estudio cuantitativo adecuado de la composición del nitruro de aluminio, así como de la presencia de impurezas. Como ya se indicó en el capítulo 3, las medidas necesarias para este análisis se han llevado a cabo en el Centro Nacional de Aceleradores de Sevilla.

4.3.1. INFLUENCIA DE LAS CONDICIONES DE DEPÓSITO DEL NITRURO DE ALUMINIO EN LA INCORPORACIÓN DE IMPUREZAS A LAS MUESTRAS

Las medidas de RBS que se han llevado a cabo demuestran que las concentraciones de nitrógeno y aluminio son uniformes en profundidad, y la proporción entre ambos elementos es siempre muy próxima a la unidad, lo cual concuerda con los resultados obtenidos a partir de las medidas de FT-IR y XRD, confirmando la estequiometría de las láminas. Se han estudiado la incorporación de iones de argón y el contenido de oxígeno en función de las condiciones de depósito, en particular de la tensión de polarización del sustrato y de la presión total, manteniendo siempre constantes la tensión de cátodo (-1.700 V) y la proporción de nitrógeno en el gas de la descarga (50%).

En la figura 4.38 se muestra la concentración de átomos de argón, en tanto por ciento, en función de la presión de trabajo y de la tensión de polarización del sustrato. El aumento de la cantidad de argón al aumentar la tensión de polarización del sustrato es debido a la mayor energía de los iones, lo cual les permite alcanzar una profundidad mayor en la lámina en crecimiento, favoreciendo su permanencia en el material. A su vez, el hecho de que la cantidad de argón ocluido en las láminas disminuya cuando la presión de trabajo es mayor se explica en términos de la pérdida de direccionalidad y energía de los iones al aumentar la presión. Esto evita que se

genere un daño excesivo en la lámina depositada y, por tanto, que el estrés aumente, tal como se discutió en el apartado 4.1.4.

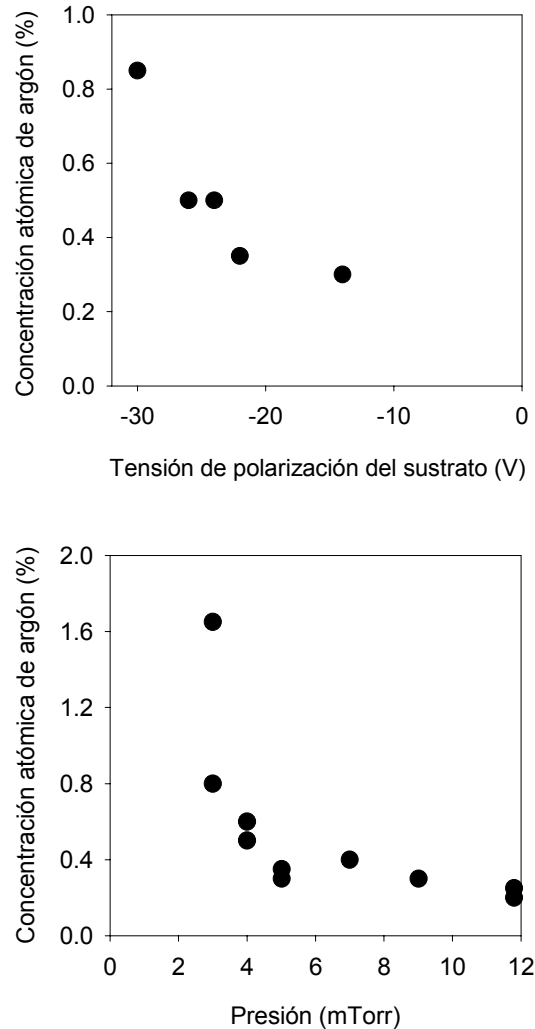


Figura 4.38. Contenido en argón en las películas de AlN medido por RBS frente a las condiciones de depósito.

La cantidad absoluta de oxígeno en las muestras se ha medido por PIGE con un error entre el 5% y el 10%; este parámetro es de una gran importancia tecnológica, ya que la presencia de oxígeno en las películas afecta fuertemente a la conductividad térmica y otras propiedades físicas del nitruro de aluminio [Harris90, Kumar95, Hickernell02].

La figura 4.39 muestra el contenido en oxígeno de las muestras frente a su contenido en argón:

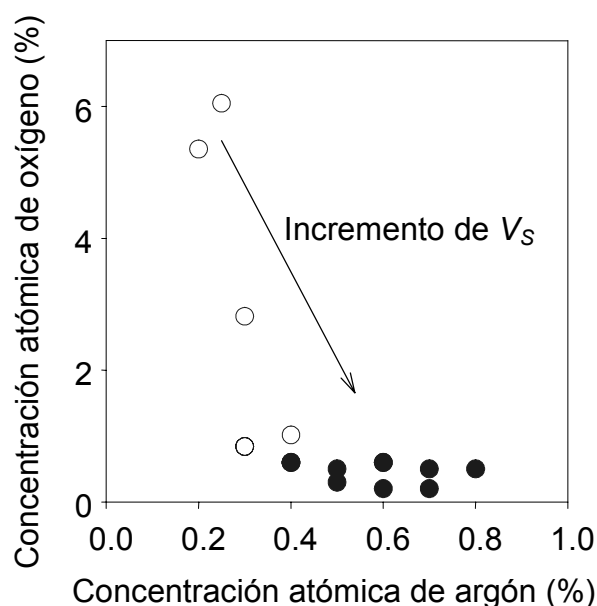


Figura 4.39. Concentración atómica de oxígeno frente a la concentración atómica de argón en muestras crecidas con buen vacío inicial variando la tensión de polarización del sustrato. Los símbolos llenos indican muestras con orientación pura (00.2), y los símbolos vacíos muestras con otras orientaciones.

Según la figura anterior, las muestras de nitruro de aluminio pueden llegar a tener concentraciones de oxígeno de hasta el 6% debido a la gran reactividad de este elemento con el aluminio. También se observa que la cantidad de oxígeno disminuye de forma notable al aumentar la cantidad de argón en las muestras cuando V_s aumenta. Un bombardeo iónico intenso favorece la incorporación de átomos de argón, que a su vez impiden que se incorporen átomos de oxígeno a la superficie de la muestra durante el crecimiento de la película. Este fenómeno de reducción de la incorporación de impurezas gracias a un bombardeo moderado durante el crecimiento es típico de la técnica de pulverización [Westwood77].

Como ya se ha mencionado antes, el oxígeno que se incorpora a las películas durante su crecimiento procede del gas residual, que contiene agua adsorbida en la campana de depósito que se desprende con el tiempo, por lo que su presencia será menor cuanto mayor sea el vacío previo del sistema antes de comenzar el proceso de depósito. Aunque habitualmente se depositan las láminas de AlN con presiones inferiores a $3 \cdot 10^{-7}$ Torr, se han llevado a cabo algunos procesos con vacíos previos mucho peores con el fin de analizar de forma más completa los efectos de la incorporación de oxígeno. En la figura 4.40 se muestra la concentración atómica de oxígeno para estas láminas concretas en función del vacío alcanzado en la cámara de

pulverización antes de comenzar el proceso de depósito. En todas las láminas presentadas se ha aplicado una tensión de polarización del sustrato suficiente para asegurar una orientación pura (00.2)

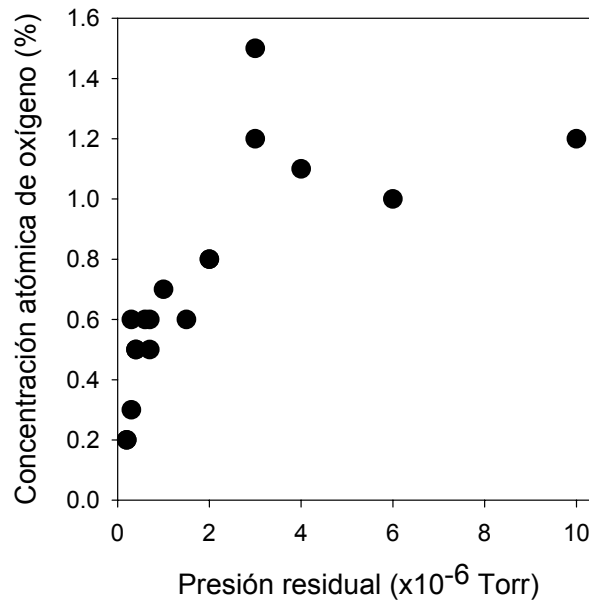


Figura 4.40. Concentración de oxígeno para distintos valores de la presión residual.

En resumen, un aumento de la tensión de polarización del sustrato lleva consigo una mayor incorporación de argón a las láminas, a la vez que desciende la concentración de oxígeno. Por otra parte, un aumento de la presión total en la cámara de depósito favorece el que la concentración de argón en las películas sea pequeña, debido a que la direccionalidad de los iones incidentes es menor. El oxígeno que se incorpora a las láminas tiene su origen en el gas residual, por lo que depende de la presión previa en la cámara de vacío antes de comenzar el proceso de depósito del material.

4.3.2. RELACIÓN ENTRE LAS IMPUREZAS Y LAS PROPIEDADES DE LAS PELÍCULAS

A continuación se explicará cómo influye la incorporación de impurezas de argón y oxígeno a la película de nitruro de aluminio en las propiedades cristalinas (ancho de la *rocking-curve*, tamaño de grano, estrés residual) y piezoeléctricas (valor de k^2) del material.

4.3.2.1. Propiedades cristalinas

Como ya se ha comentado, la calidad cristalina de un material policristalino viene dada por su tamaño de grano y por la anchura de la *rocking-curve* correspondiente a la reflexión (00.2) medida por XRD. Por lo tanto, para estudiar cómo influyen en la calidad cristalina de una lámina las impurezas presentes en ella será necesario analizar cómo se relacionan éstas con dichos parámetros. La siguiente figura muestra la variación de la *rocking-curve* con el contenido en argón de las películas:

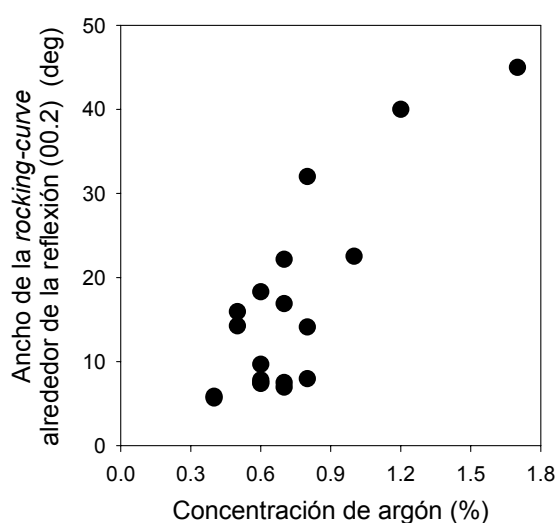


Figura 4.41. Ancho de la *rocking-curve* frente a la concentración de argón.

Puede observarse que a medida que disminuye la cantidad de argón presente en las películas disminuye también el ancho de la *rocking-curve*. Este comportamiento puede explicarse si se tiene en cuenta que es necesario aplicar una tensión de polarización mínima al sustrato si se quieren obtener películas con orientación (00.2). Si esta tensión es excesivamente elevada, el alto bombardeo al que se ve sometida la película provoca daños en su estructura cristalina. Puesto que tanto la incorporación de argón como el empeoramiento de la calidad cristalina del nitrato de aluminio están relacionados con un aumento del bombardeo iónico durante el depósito, no es posible asegurar que el empeoramiento de las propiedades cristalinas del material se deba de forma exclusiva a la mayor cantidad de argón. Por otro lado, como puede verse en la figura 4.42, la cantidad de oxígeno en las muestras no influye de forma clara en el ancho de la *rocking-curve*:

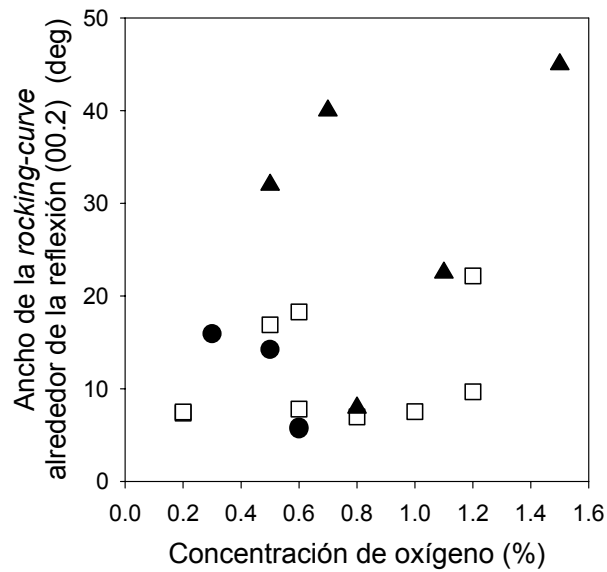


Figura 4.42. Ancho de la *rocking-curve* alrededor de la dirección (00.2) frente a la concentración de oxígeno en láminas de nitruro de aluminio con alta (▲) media (□) y baja (●) concentración de argón.

Se ha sugerido que la formación de defectos extendidos debida a la presencia de oxígeno en las muestras puede afectar al tamaño de grano del material [Harris90]. En la figura 4.43 se puede ver la relación entre la concentración de oxígeno y el tamaño de grano del nitruro de aluminio.

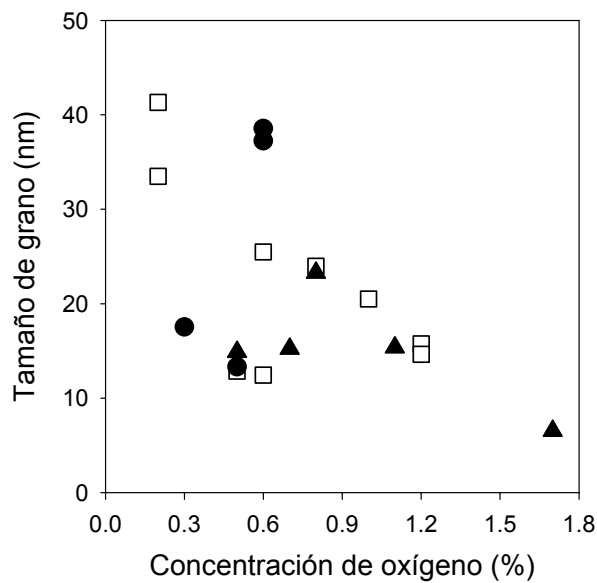


Figura 4.43. Tamaño de grano de las películas frente al contenido en oxígeno de las mismas para distintas concentraciones de argón.

A primera vista puede parecer que en general hay una disminución del tamaño de grano cuanto mayor es la cantidad de oxígeno; sin embargo, la gran dispersión en los resultados parece indicar que existen otros factores que influyen en esta variación.

Se ha analizado la relación entre el tamaño de grano y a la cantidad de oxígeno presente en las películas para concentraciones de argón altas (▲), medias (□) y bajas (●). Las muestras que tienen un contenido intermedio de argón siguen la tendencia indicada anteriormente de forma más o menos clara. Sin embargo, el material con un mayor contenido de argón tiende a mostrar tamaños de grano menores para concentraciones de oxígeno similares, lo cual indicaría que la mayor implantación de argón también afecta a las propiedades de estas películas. Por último, puede verse que si el contenido de argón en las muestras es bajo la variación del tamaño de grano con la cantidad de oxígeno no muestra una tendencia definida.

Los resultados anteriores prueban que aunque la presencia de argón y oxígeno en las películas afecta al ancho de su *rocking-curve* y a su tamaño de grano no puede descartarse la existencia de defectos asociados a otros factores que también influyen en la calidad cristalina del material.

Por otra parte, como ya se mencionó en el apartado 4.1.4, el estrés residual en las películas depositadas a baja temperatura se debe a la presencia de diversos defectos asociados al bombardeo de la película, tales como átomos en posiciones intersticiales, vacantes de aluminio o nitrógeno, dislocaciones, etc. [Este87, Dubois01]. Con el fin de estudiar la influencia de las concentraciones de argón y oxígeno en las películas de nitruro de aluminio sobre su estrés residual se han analizado muestras con diferentes concentraciones de ambos elementos; para aumentar el contenido de oxígeno se han utilizado intencionadamente valores altos de la presión residual en el sistema de pulverización (es decir, con un vacío previo en la cámara no muy elevado) en algunos de los depósitos.

Analizando muestras con un contenido fijo de argón se ha comprobado que el contenido en oxígeno de las películas no parece afectar a su estrés residual, como puede verse en la siguiente figura:

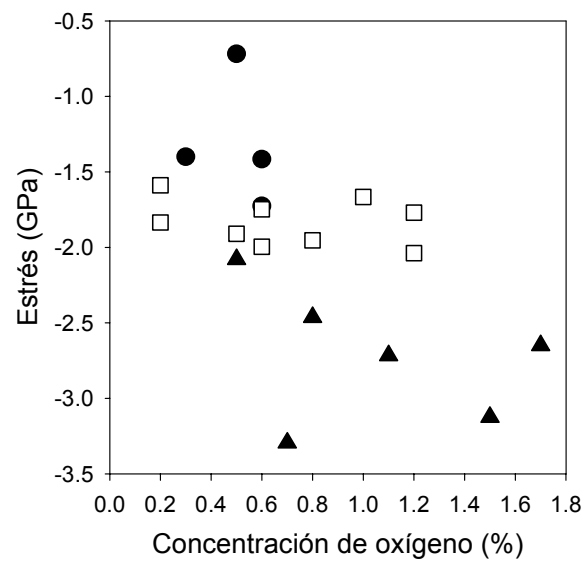


Figura 4.44. Dependencia del estrés residual con la cantidad de oxígeno en películas con alta (▲) media (□) y baja (●) concentración de argón.

Sin embargo, se ha comprobado que el estrés residual sí depende fuertemente de la cantidad de argón. La figura 4.45 representa el estrés residual de las mismas películas de nitruro de aluminio mostradas en la figura 4.44 en función de la concentración de argón:

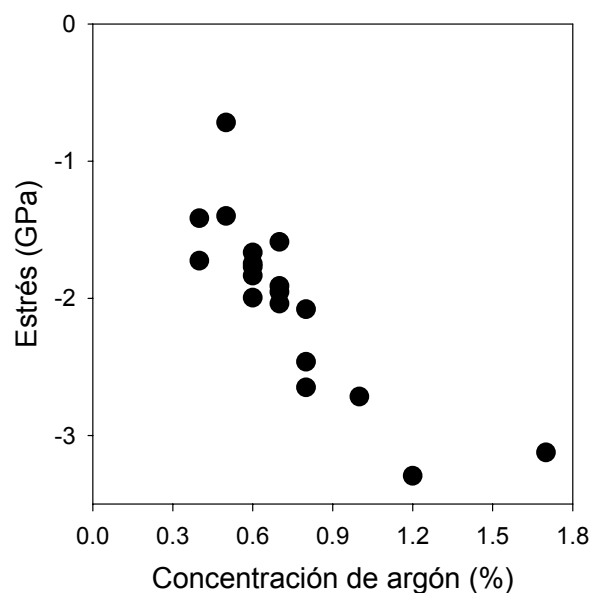


Figura 4.45. Dependencia del estrés residual con la cantidad de argón.

Las películas que muestran un mayor estrés residual compresivo (negativo) son aquellas que fueron sometidas a un mayor bombardeo iónico durante el crecimiento, es decir, aquellas en las que se utilizó una tensión de polarización del sustrato alta, una presión total baja o ambas cosas simultáneamente; dichas condiciones son también las que propician una mayor implantación de átomos de argón bajo la superficie de la película en crecimiento.

4.3.2.2. Propiedades piezoeléctricas

Si se quieren obtener películas de nitruro de aluminio apropiadas para ser utilizadas en la fabricación de dispositivos SAW habrá que estudiar de qué forma influyen las impurezas presentes en las láminas en sus propiedades piezoeléctricas, en concreto en k^2 . La siguiente figura representa la variación de dicho coeficiente con la cantidad de argón:

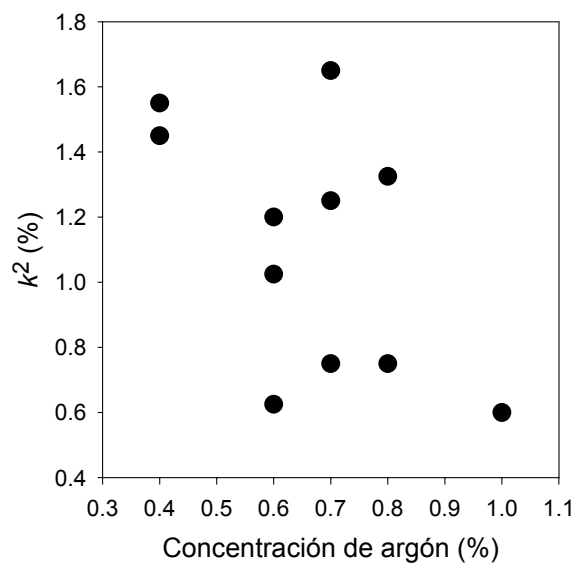


Figura 4.46. Coeficiente de acoplo electromecánico (k^2) frente a la concentración de argón en las muestras.

Como puede observarse, la incorporación de argón no afecta claramente la respuesta piezoeléctrica del material, evaluada a través del coeficiente de acoplo electromecánico k^2 . Por otro lado, la figura 4.47 presenta cómo se ve afectada dicha

respuesta piezoeléctrica por la cantidad de oxígeno presente en muestras con distintas concentraciones de argón.

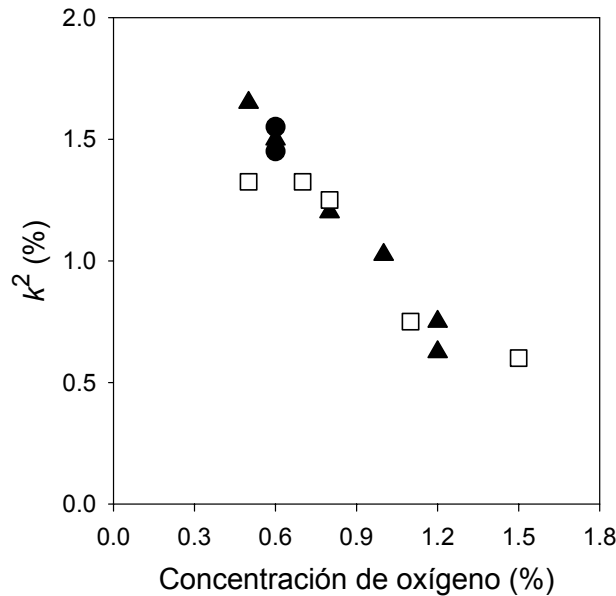


Figura 4.47. Coeficiente de acoplo electromecánico (k^2) frente a la concentración de oxígeno en muestras con alta (▲) media (□) y baja (●) concentración de argón.

Puede comprobarse cómo, independientemente de la cantidad de argón en las muestras, el valor de k^2 disminuye claramente al aumentar la cantidad de oxígeno, lo cual concuerda con estudios llevados a cabo por otros autores [Hickernell02]. Si se compara la figura anterior con la figura 4.43 podría pensarse que un aumento del tamaño de grano proporcionaría mejores valores de k^2 , aunque la relación no es tan clara; de hecho, se han obtenido películas con un alto valor de k^2 a pesar de tener un tamaño de grano muy pequeño. La presencia de átomos de oxígeno en la red cristalina del nitruro de aluminio provoca diversas discontinuidades, como la existencia de vacantes aisladas de aluminio y defectos extendidos con inversión de la polarización piezoeléctrica de los cristales [Harris90]. Estas irregularidades en la red cristalina producen una disminución del tamaño de grano medio del material, y a la vez pueden actuar como defectos activos eléctricamente, perjudicando el comportamiento piezoeléctrico del nitruro de aluminio. Por lo tanto, no está claro cuál es el motivo exacto que atenúa la respuesta piezoeléctrica del material, aunque los citados dominios de inversión de la polaridad piezoeléctrica podrían ser de nuevo la explicación más plausible.

4.4. TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Una vez conocidas las propiedades del nitruro de aluminio y la forma de obtener material con las características deseadas, otro aspecto que podría ser interesante es el estudio de la influencia de algún tipo de tratamiento posterior de las películas. En concreto se ha investigado la influencia de recocidos térmicos rápidos (*rapid thermal annealing*, RTA) tras el depósito del nitruro de aluminio en las propiedades de dicho material. Para ello se ha escogido una serie de películas de AlN de (950 ± 30) nm depositadas con tensiones de polarización del sustrato inferiores a la necesaria para asegurar una orientación pura (00.2). El objetivo de estos experimentos es determinar si el material con un mal comportamiento piezoeléctrico puede ser modificado. Dichas películas han sido depositadas sobre silicio (100) cubierto por una capa de SiO₂ de 200 nm. Los recocidos se han llevado a cabo en una atmósfera de nitrógeno a 900°C, 1.100°C y 1.300°C durante 90 s, 60 s y 30 s, respectivamente, en el Centro de Apoyo a la Investigación de la Facultad de Ciencias Físicas de la Universidad Complutense de Madrid. A continuación se han observado las muestras en el microscopio SEM en busca de posibles defectos macroscópicos; no obstante, no se ha detectado la presencia de microgrietas debidas al proceso térmico.

Para llevar a cabo el análisis de la influencia de los recocidos se han clasificado las muestras estudiadas en dos categorías: las muestras de tipo I no muestran ninguna orientación preferente, sino que presentan difractogramas de rayos X en los que aparecen los picos (00.2), (10.1), (10.2) y (10.3) con intensidades similares. Por el contrario, las muestras de tipo II tienen una clara orientación preferente según el eje c, aunque presentan rastros de los picos correspondientes a las reflexiones (10.2) y (10.3).

La figura 4.48 muestra los difractogramas de una película típica de tipo I antes y después de cada uno de los tres tipos de recocidos. Como puede verse, no hay modificaciones sustanciales en la estructura cristalina de las películas tras los recocidos, lo cual indica que no existe un proceso de recristalización significativo. Por otra parte, el coeficiente de acoplo electromecánico del material, que estaba en torno a 0'04% antes de los recocidos, sigue teniendo valores parecidos.

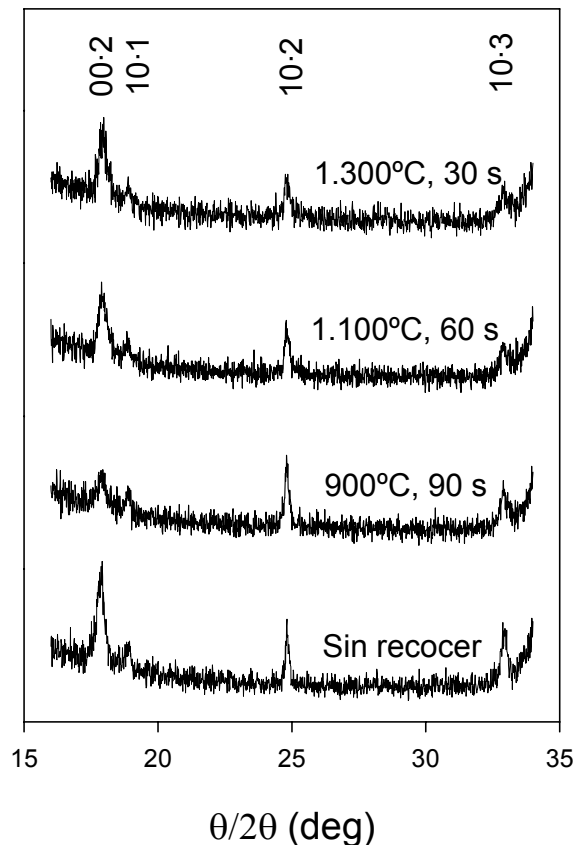


Figura 4.48. Difractogramas de rayos X de una película de AlN sin orientación preferente antes y después de los procesos de recocido.

Por el contrario, las películas de tipo II muestran un comportamiento diferente frente a los recocidos. La figura 4.49 muestra los difractogramas de rayos X antes y después de los recocidos para una película de este tipo. En este caso se ha utilizado una escala logarítmica en el eje de ordenadas para poder apreciar simultáneamente el intenso pico (00.2) y los más débiles (10.2) y (10.3). Tras los recocidos aparecen dos cambios significativos en los difractogramas de rayos X de las películas. En primer lugar, el pico correspondiente a la reflexión (00.2) se hace más intenso y en él aparece una asimetría debida a la aparición de una cola en el lado de los ángulos más altos, mayor cuanto más alta es la temperatura de recocido. En segundo lugar, la intensidad de los pequeños picos de las reflexiones (10.2) y (10.3) disminuye tras los recocidos, aunque sigue habiendo rastros de dichas reflexiones incluso para la temperatura más alta.

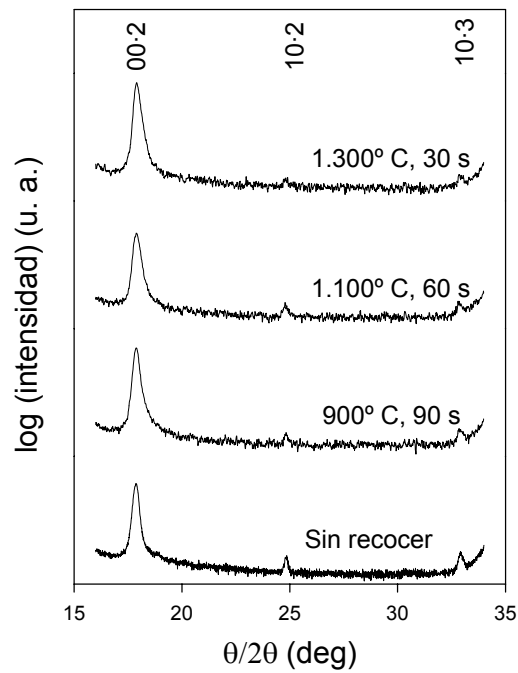


Figura 4.49. Difractogramas de rayos X de una película de AlN con orientación preferente (00.2) antes y después de los procesos de recocido.

En la figura 4.50 puede observarse un detalle del pico correspondiente a la reflexión (00.2) de una muestra típica antes y después del proceso de recocido, junto con las funciones de pseudo-Voigt utilizadas para ajustar los espectros de la forma descrita en el apartado 3.1.3:

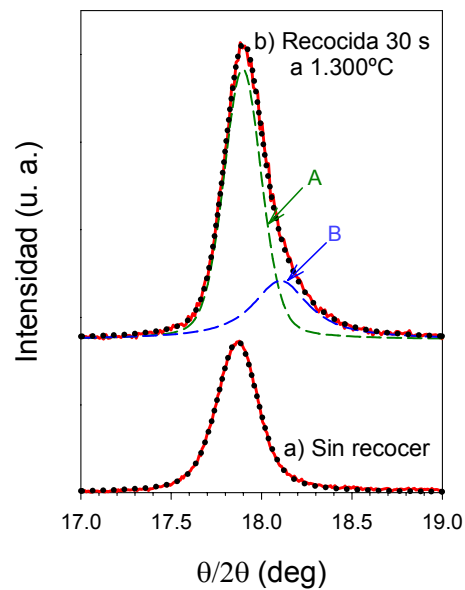


Figura 4.50. Detalle del pico correspondiente a la reflexión (00.2) de una película típica de nitruro de aluminio **a)** sin recocer y **b)** tras un recocido a 1.300°C durante 30 s.

El ajuste del pico de rayos X de la muestra antes del recocido (figura 4.50.a) se puede llevar a cabo utilizando una única función de pseudo-Voigt (no representada en la figura) cuyo máximo aparece para un ángulo de Bragg en torno a $17^{\circ}87'$, con valores por debajo del ángulo nominal ($18^{\circ}02'$) en todos los casos, lo cual indica que los microcristales de las películas de AlN sufren un estrés compresivo. Por el contrario, para poder ajustar los picos de las películas después del recocido es necesario utilizar dos funciones de pseudo-Voigt (en verde y azul en la figura 4.50.b). La primera de ellas (A) es la más intensa, y su máximo se encuentra situado en un ángulo de Bragg aproximadamente igual al correspondiente a la función de pseudo-Voigt utilizada para ajustar los picos correspondientes a las muestras sin recocer. Esto quiere decir que la función A está asociada a los microcristales de estas muestras que ya estaban presentes antes del recocido. La segunda función de pseudo-Voigt (B) es notablemente menos intensa que la función A, pero necesaria para poder ajustar con exactitud los datos experimentales. Su máximo aparece para valores del ángulo de Bragg mayores que el nominal, de lo cual puede deducirse que nuevos cristales con estrés residual tensil han aparecido durante el proceso de recocido. En resumen, el recocido induce un crecimiento de los cristales originales y, simultáneamente, el crecimiento de nuevos cristales. La figura 4.51 muestra el tamaño de grano de estas dos poblaciones de microcristales, obtenido a partir del ajuste con las funciones de pseudo-Voigt [De Keijser83], para tres películas de tipo II:

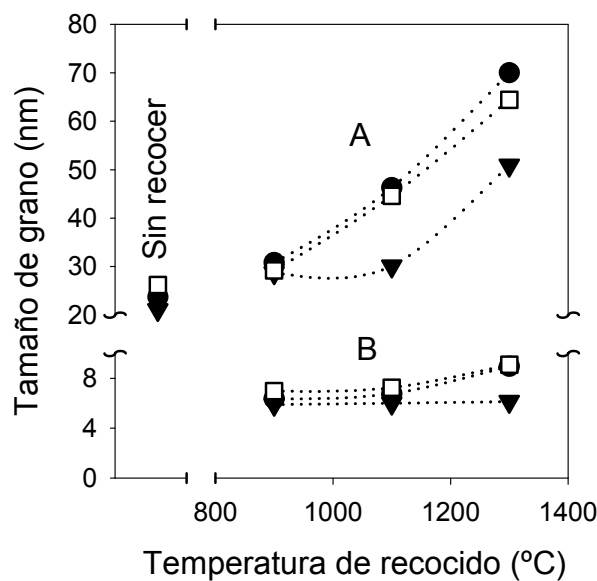


Figura 4.51. Tamaño de grano de los microcristales originales (A) y de los nuevos microcristales (B) en función de la temperatura de recocido.

Estos resultados muestran que el tamaño de grano aumenta con la temperatura de recocido tanto para los cristales que ya estaban presentes en las muestras antes del recocido como para los que aparecen durante el proceso. Adicionalmente, cuanto mejor es la calidad cristalina (tamaño de grano) de las películas antes del recocido, más significativo es el proceso de recrystalización.

Por otra parte, el hecho de que ambas poblaciones de microcristales crezcan de forma simultánea sugiere que los nuevos granos (B) no crecen a expensas de los originales (A), sino que son más bien el resultado de la cristalización del material amorfo presente en las películas depositadas. Sin embargo, no se puede descartar que la eliminación de algún tipo de defecto durante el recocido produzca la coalescencia de los granos, hipótesis que se ve apoyada por la reducción de los picos correspondientes a las reflexiones (10.2) y (10.3) tras el recocido de las muestras, según se representa en la siguiente figura:

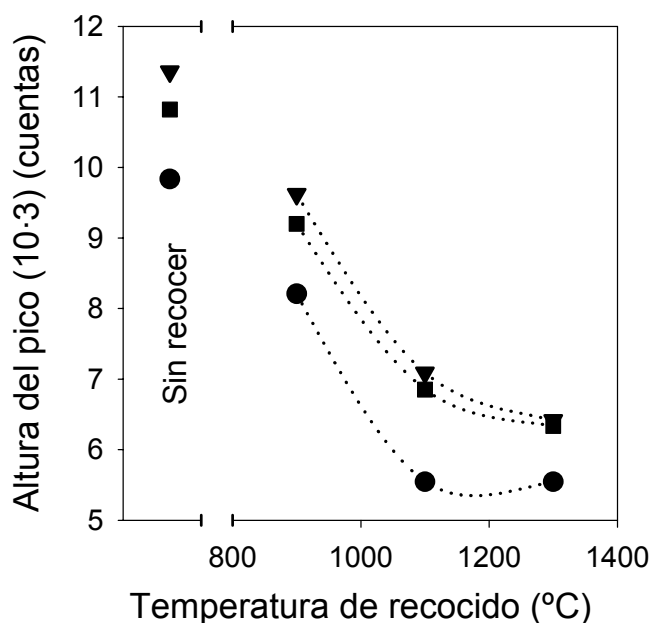


Figura 4.52. Altura del pico (10.3) frente a la temperatura de recocido.

En la siguiente figura puede verse la variación del coeficiente de acoplo electromecánico del nitruro de aluminio de distintas muestras antes y después de los diferentes procesos de recocido:

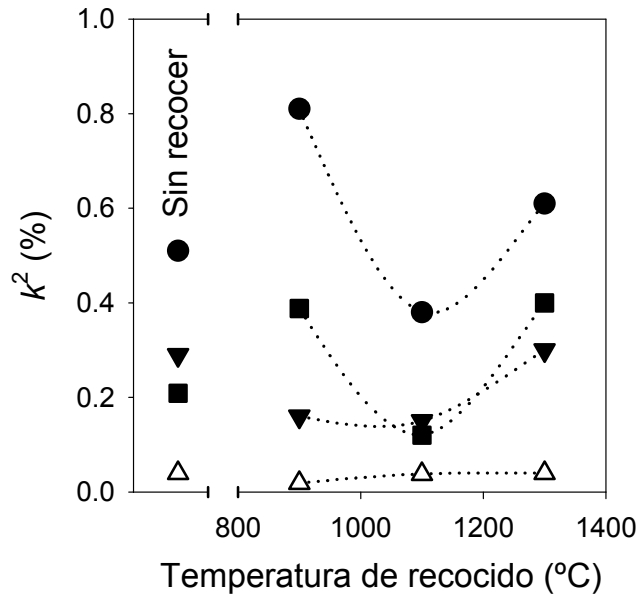


Figura 4.53. Coeficiente de acoplamiento electromecánico k^2 de películas de tipo I (símbolos vacíos) y de tipo II (símbolos rellenos) en función de la temperatura de recocido.

Independientemente de los procesos de recocido, las muestras de tipo I presentan siempre valores muy bajos de k^2 , mientras que para las de tipo II dicho coeficiente presenta variaciones evidentes, aunque no se ha observado una tendencia clara. Esta variación irregular de k^2 puede estar relacionada con los cambios morfológicos ya descritos. Como ya se ha explicado, un requisito esencial para que la respuesta piezoeléctrica de una película de AlN policristalino sea buena es, aparte de que dicha película presente una orientación preferente (00.2), que la polarización piezoeléctrica de la mayoría de sus cristales tenga el mismo sentido. Un proceso de recocido provoca cambios en el tamaño de grano de los cristales debido a la recrystalización pero, sin embargo, no puede inducir cambios en su polarización. Por lo tanto, la dispersión en los valores de k^2 puede atribuirse a la presencia aleatoria de granos con polarizaciones opuestas. En algunas películas, el proceso de cristalización tiende a equilibrar la densidad de cristales con cada una de las orientaciones polares, produciendo una disminución en el valor de k^2 , mientras que en otras películas la densidad de granos con una polarización determinada aumenta con respecto a la otra y, por tanto, el coeficiente de acoplamiento electromecánico también aumenta.

4.5. AlN SOBRE METALES

Algunos dispositivos electrónicos basados en nitruro de aluminio, como los resonadores acústicos en volumen (FBAR) o los sistemas microelectromecánicos (MEMS), requieren que dicho material se deposite encima de un electrodo metálico. Los metales más utilizados en este tipo de dispositivos son el aluminio y sus aleaciones [Dubois01, Iriarte03, Jakkaraju03, Lee04], el molibdeno [Iriarte03, Jakkaraju03, Lee04], el titanio [Dubois01, Iriarte03, Lee04] y el platino [Dubois01, Loebel03], aunque se han empleado muchos otros [Iriarte03, Jakkaraju03, Lee04, Ruffner99, Mishin03, Akiyama04]. Es algo bien conocido que las características del sustrato influyen en las propiedades del material depositado sobre él tanto como las propias condiciones de depósito. Los mejores resultados se han obtenido para aquellas superficies metálicas que presentan una simetría triple o hexagonal (aluminio {111}, platino {111}, titanio {00·2} u oro {111}), puesto que dichas simetrías son compatibles con la del AlN orientado según el eje *c* [Dubois01, Akiyama04]. No obstante, también se ha obtenido nitruro de aluminio de buena calidad sobre molibdeno {110} [Iriarte03, Lee04], que no presenta ninguna de las simetrías mencionadas anteriormente. También se ha llegado a buenos resultados depositando el material sobre metales que son estables respecto a un plasma de nitrógeno, como es el caso del platino [Dubois01, Loebel03]; sin embargo, a pesar de sus ventajas, dicho metal no es completamente compatible con las tecnologías del silicio. Por otra parte, se ha llegado a la conclusión de que las películas metálicas con una buena textura o con baja rugosidad también permiten depositar sobre ellas nitruro de aluminio de excelente calidad [Iriarte03, Mishin03, Jakkaraju04]. Sin embargo, muy pocos autores han analizado la interacción entre la película de nitruro de aluminio y la superficie metálica sobre la que se deposita. Aunque sí se puede encontrar algún estudio sobre la gran influencia de la naturaleza química del sustrato metálico sobre la orientación polar del AlN [Ruffner99], no parece existir ninguno sobre la interacción entre el metal y el plasma del proceso de pulverización.

Con el fin de poder estudiar la influencia del sustrato en las propiedades cristalinas del nitruro de aluminio se ha depositado este material sobre películas de diversos metales ($\text{Al}_{0.9}\text{Si}_{0.1}$, cromo, molibdeno y titanio) con un espesor de 200 nm, así como sobre silicio oxidado. Los metales se han depositado por pulverización en una atmósfera de argón sobre obleas de silicio (100) oxidadas; todas las láminas de nitruro

de aluminio utilizadas en estos experimentos se han depositado con un 50% de nitrógeno en el gas de la descarga y una presión total de 7 mTorr; se ha ajustado el tiempo del depósito para obtener siempre un espesor de 900 nm. A continuación se muestran los resultados más relevantes.

En primer lugar, la figura 4.54 presenta los difractogramas de rayos X de una serie de láminas de nitruro de aluminio depositadas, bajo diferentes condiciones, sobre un sustrato metálico que consiste una aleación del 10% de silicio en aluminio, junto con el difractograma correspondiente al sustrato metálico.

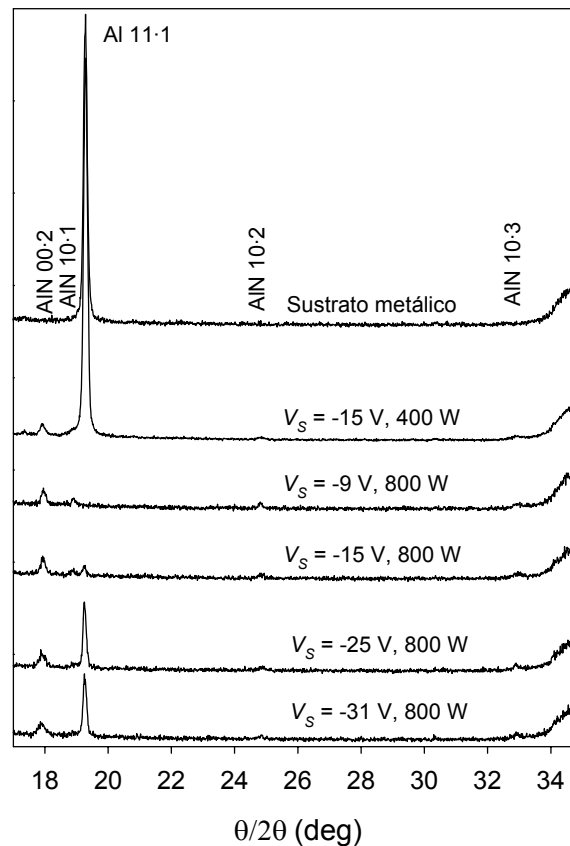


Figura 4.54. Difractogramas de rayos X de películas de nitruro de aluminio depositadas sobre $\text{Al}_{0.9}\text{Si}_{0.1}$ para diferentes valores de tensión de polarización del sustrato y potencia aplicada.

El difractograma de arriba corresponde al sustrato metálico, y en él se puede ver el pico correspondiente a la reflexión (11.1) del aluminio cúbico centrado en las caras (material con simetría triple). El difractograma siguiente corresponde a una película de nitruro de aluminio depositada con una tensión de polarización del sustrato de -15 V y una potencia de 400 W, que es representativa de todas las muestras

depositadas a menos de 800 W; además del pico del aluminio del sustrato, en este difractograma pueden verse el pico correspondiente a la reflexión (00.2) del AlN y vestigios correspondientes a las reflexiones (10.1), (10.2) y (10.3), tan débiles que puede considerarse que la muestra tiene una orientación preferente según el eje c. El resto de los difractogramas pertenecen a láminas depositadas con una potencia de 800 W para diferentes valores de la tensión de polarización del sustrato entre -9 V y -31 V. Como puede comprobarse, el pico correspondiente a la reflexión (111) del aluminio de la película metálica es en todos los casos bastante menos intenso que antes de depositar el nitruro de aluminio, e incluso inexistente en las muestras que han sido depositadas con tensiones de polarización por debajo de 20 V. Este resultado indica que la película metálica se ha consumido durante el crecimiento del nitruro de aluminio depositado a alta potencia, desapareciendo del todo cuando la tensión de polarización del sustrato no es muy elevada. Los espectros de RBS que se muestran a continuación confirman que el aluminio se consume en un depósito de AlN a alta potencia, ya que la señal correspondiente al elemento metálico aparece sólo en la medida correspondiente a la muestra depositada a la potencia más baja:

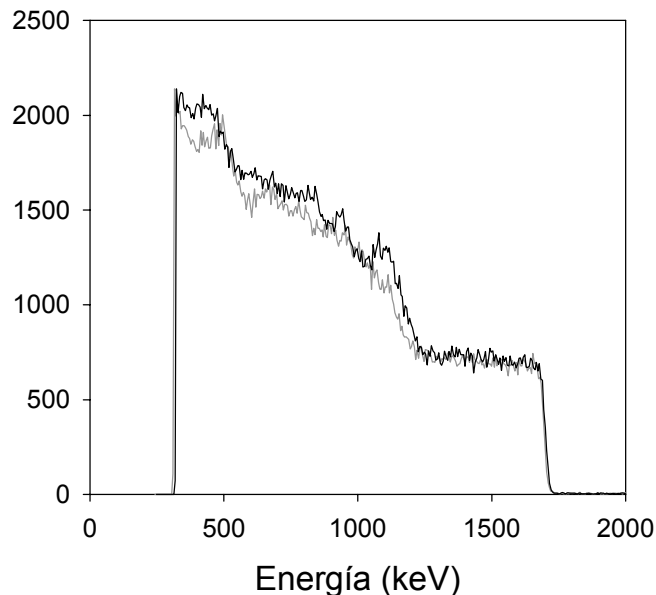
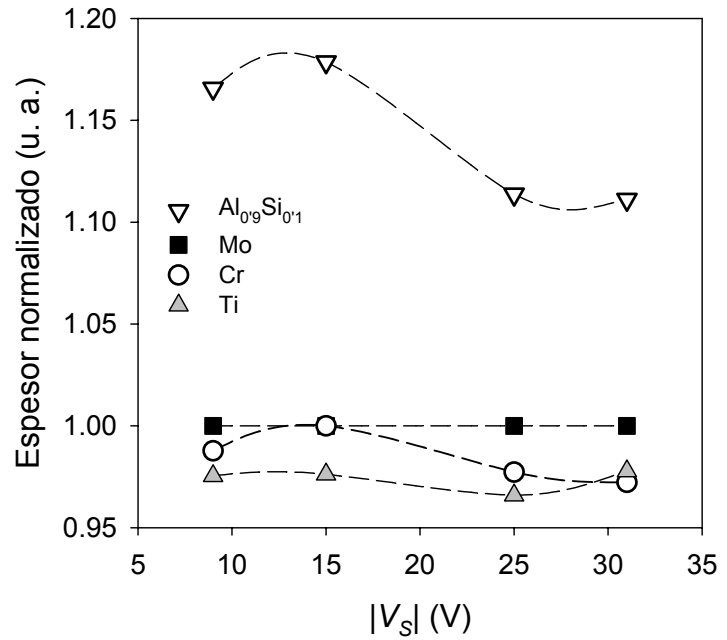


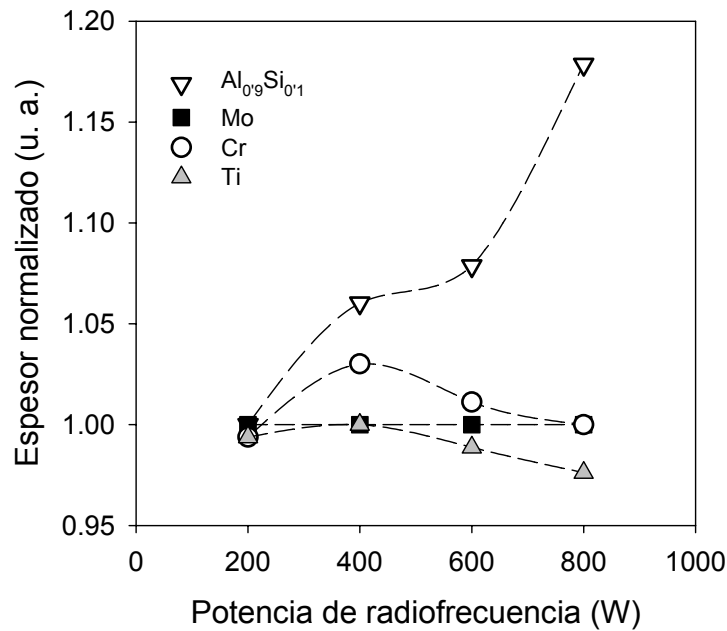
Figura 4.55. Espectros de RBS de dos muestras de AlN depositado sobre $\text{Al}_{0.9}\text{Si}_{0.1}$ a potencias de radiofrecuencia de 200 W (negro) y 800 W (gris).

La figura 4.56 muestra una comparación entre los espesores de las películas de nitruro de aluminio depositadas sobre distintos metales, representándolos frente a la tensión de polarización del sustrato y a la potencia de radiofrecuencia. Los

espesores se han determinado por RBS y se han normalizado, utilizando el espesor de las películas depositadas sobre molibdeno como referencia.



a)



b)

Figura 4.56. Espesor de las películas de nitruro de aluminio depositadas sobre distintos metales **a)** frente a la tensión de polarización del sustrato, con una potencia de 800 W, y **b)** frente a la potencia de radiofrecuencia aplicada, para una tensión de polarización de -15 V.

En la figura 4.56.a puede verse que el espesor del nitruro de aluminio depositado sobre un sustrato de $\text{Al}_{0.9}\text{Si}_{0.1}$ es siempre mayor que el del material depositado sobre los otros metales, especialmente para bajos valores de la tensión de polarización. Por otra parte, la figura 4.56.b muestra cómo el espesor del nitruro de aluminio depositado sobre $\text{Al}_{0.9}\text{Si}_{0.1}$ aumenta de forma significativa con la potencia aplicada, mientras que para el resto de los metales permanece prácticamente constante. Este aumento del espesor del AlN podría deberse a un aporte de átomos de aluminio por parte del sustrato metálico cuando éste reacciona con el plasma, lo cual estaría de acuerdo con los resultados presentados en las figuras 4.54 y 4.55. Cuando la tensión de polarización del sustrato es baja la superficie de la película metálica no queda cubierta inmediatamente por el material depositado, puesto que hace falta más tiempo para que las islas de nucleación lleguen a coalescer y formar una película continua. Durante este tiempo el nitrógeno del gas de la descarga reacciona con la superficie del metal, formando nitruro de aluminio con la mayor parte de él. Por el contrario, cuando la tensión de polarización es más elevada las condiciones son mucho más favorables para la coalescencia de las islas de nitruro de aluminio, por lo que la película depositada cubre rápidamente el sustrato metálico, protegiéndolo frente al nitrógeno del plasma.

El hecho de que las películas depositadas a baja potencia presenten un pico de aluminio {111} con la intensidad original indica que la reacción entre el metal y el nitrógeno del plasma es un proceso activado térmicamente (a altas potencias el calentamiento del sustrato es mayor debido a la cantidad más elevada de electrones que inciden en él y a su mayor energía). Adicionalmente, el hecho de que el espesor de la película de nitruro de aluminio aumente con la potencia de radiofrecuencia, como puede verse en la figura 4.56.b, sugiere que, además del proceso anterior, puede haber una difusión del nitrógeno a través de la película de AlN hasta el sustrato metálico. Para valores de V_s bajos el nitruro de aluminio presenta una peor morfología inicial, por lo que resulta más permeable a los átomos de nitrógeno del plasma, que pueden reaccionar con la película de aluminio incluso aunque ésta se encuentre completamente cubierta por el AlN. En cambio, cuando la tensión de polarización es alta la calidad del nitruro de aluminio es mejor y el material es menos permeable, impidiendo que el metal reaccione por completo.

En el caso del nitruro de aluminio depositado sobre un sustrato de titanio, los análisis de RBS y NRA demuestran que se ha incorporado una cantidad significativa de nitrógeno en la película metálica, como puede verse en la siguiente figura:

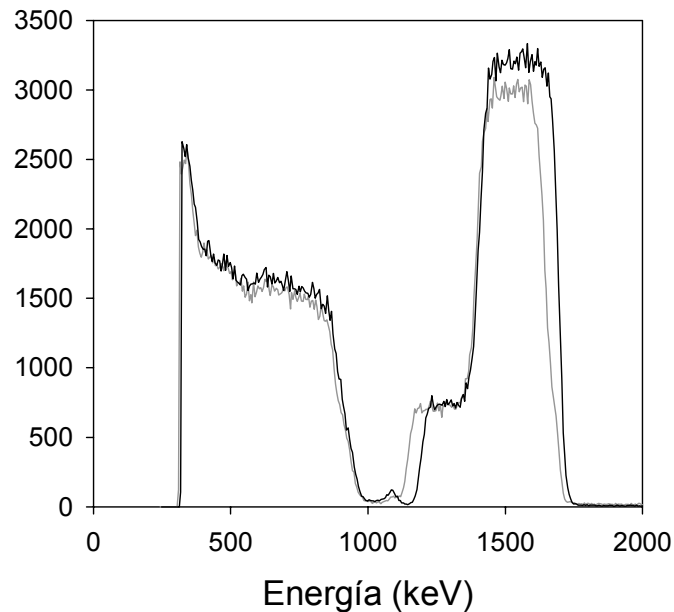


Figura 4.57. Espectros de RBS de dos muestras de AlN depositado sobre titanio a potencias de radiofrecuencia de 200 W (negro) y 800 W (gris).

La concentración de nitrógeno en la capa de titanio determinada a partir de estas medidas aumenta de forma gradual desde el 3% para películas de nitruro de aluminio depositadas a 200 W hasta el 10% para películas depositadas a 800 W, manteniendo constante la tensión de polarización del sustrato, como puede observarse en la figura 4.58. Como en el caso de las películas depositadas sobre aluminio, la incorporación de nitrógeno a la película de titanio es un proceso activado térmicamente, ya que su concentración es mayor cuanto mayores son la potencia aplicada y, por tanto, el calentamiento de la muestra. Además, puede comprobarse que cuando se mantiene una potencia de radiofrecuencia de 800 W la cantidad de nitrógeno incorporado a la película metálica es independiente de la tensión de polarización del sustrato cuando esta varía entre -9 V y -31 V.

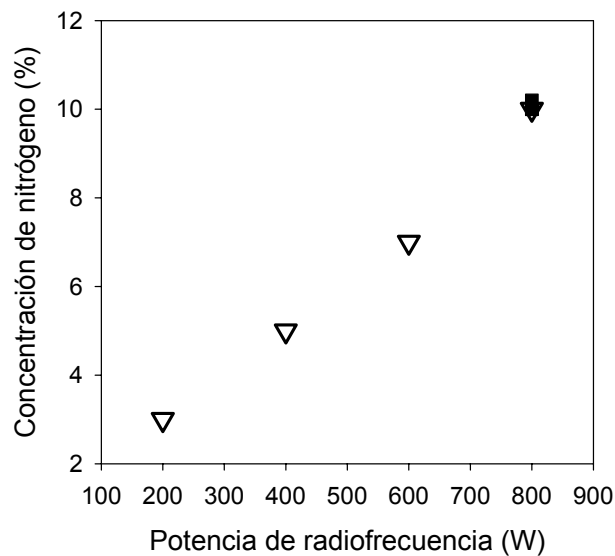


Figura 4.58. Concentración de nitrógeno en la película de titanio para películas de AlN depositadas en distintas condiciones. Los símbolos vacíos corresponden a láminas depositadas para $V_s = -15$ V y los símbolos llenos a muestras depositadas con V_s variable.

En los difractogramas de rayos X de estas muestras, por su parte, aparecen los picos correspondientes a las reflexiones (00.2) del nitruro de aluminio y (10.0) del titanio (que, en este caso, no presenta simetría triple ni hexagonal). La figura 4.59 muestra dichos difractogramas, junto con el correspondiente a un sustrato de titanio antes de depositar el nitruro. Al contrario de lo que sucede cuando el sustrato es de aluminio, la altura del pico de la reflexión del titanio se mantiene constante tras depositar el nitruro de aluminio sobre él. Este resultado indica que el metal no se consume durante dicho depósito, como podía deducirse ya de los datos presentados en la figura 4.56. Pero, además, puede observarse que no aparece en los difractogramas de dicha figura ningún pico correspondiente al nitruro de titanio, a pesar de la alta concentración de nitrógeno en la película metálica, por lo que cabe pensar que gran parte del metal permanezca en la película metálica en fase amorfa, sin incorporarse a los granos.

Por otro lado, este nitrógeno tampoco afecta al estrés o a la calidad cristalina ni del titanio ni del nitruro de aluminio. Aunque un aumento de la temperatura provoca una mayor incorporación de nitrógeno al titanio, con un desplazamiento notable del pico de rayos X hacia valores del ángulo menores [Dubois01], en las muestras estudiadas sólo se ha observado una ligera variación en la posición del pico,

probablemente debido a que la temperatura de depósito del nitruro de aluminio no es suficientemente alta ni siquiera en las muestras depositadas con la potencia de radiofrecuencia más elevada.

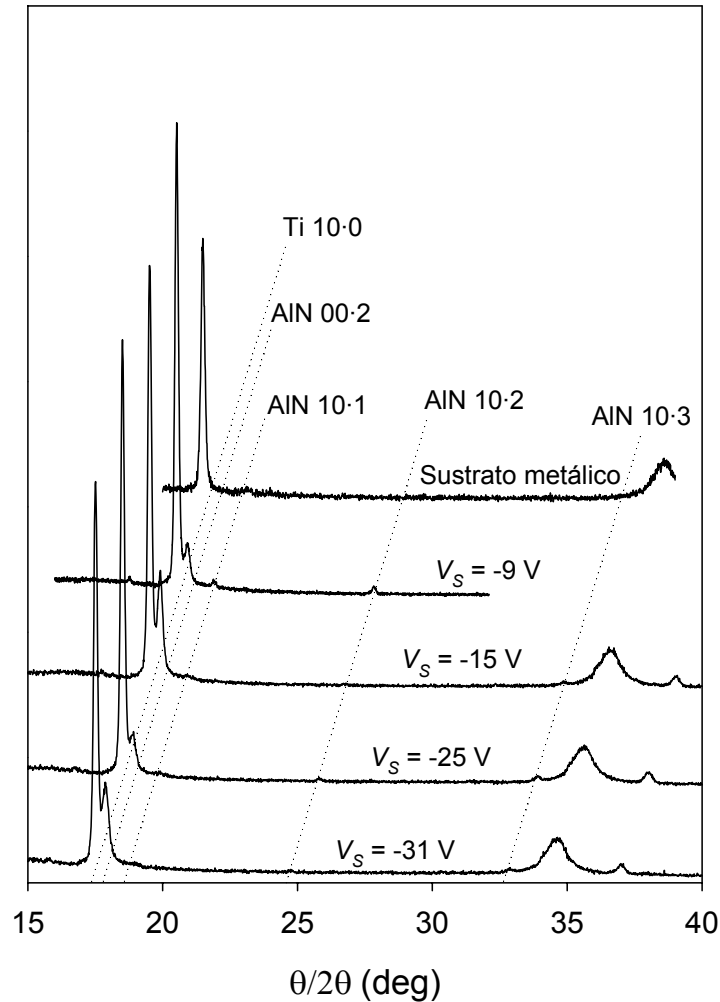


Figura 4.59. Difractogramas de rayos X de películas de nitruro de aluminio depositadas sobre titanio para diferentes valores de tensión de polarización del sustrato y una potencia aplicada de 800 W.

De igual forma, no se ha observado ningún tipo de reacción entre el nitrógeno del plasma y los sustratos de cromo y molibdeno al depositar el nitruro de aluminio sobre ellos, ya que, según los difractogramas de rayos X, siguen mostrando su textura {110} habitual. Esto queda confirmado por las medidas de RBS y NRA, como la que se muestra, como ejemplo, en la figura 4.60, correspondiente a películas de nitruro de aluminio depositadas sobre molibdeno.

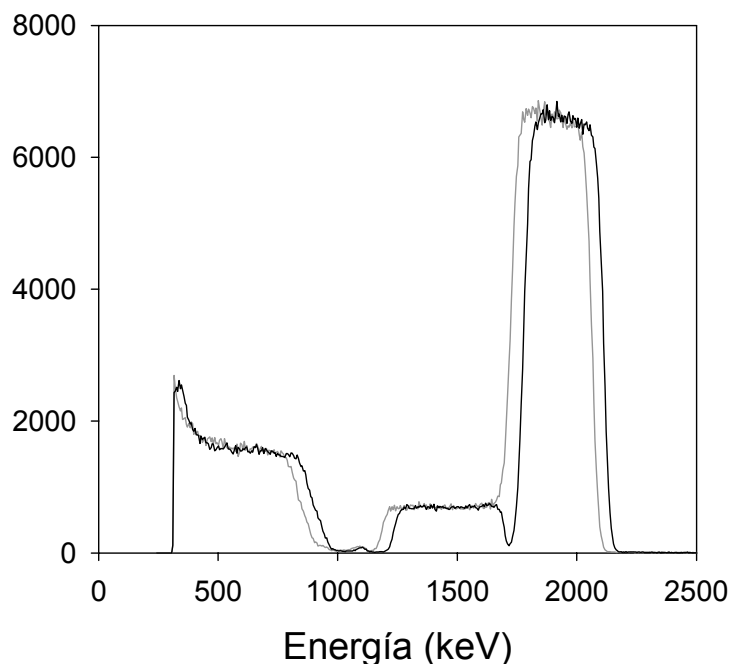


Figura 4.60. Espectros de RBS de dos muestras de AlN depositado sobre molibdeno a potencias de radiofrecuencia de 200 W (negro) y 800 W (gris).

En el caso de estos los dos metales mencionados, existe cierta homogeneidad en la altura y la anchura de los picos de rayos X correspondientes a ambos metales, que no varían de forma clara al depositar nitruro de aluminio con distintos valores de V_s y de la potencia de radiofrecuencia. Por otro lado, las medidas de RBS demuestran que el espesor de las películas metálicas permanece constante, como ya se vio en la figura 4.56.

Las películas de nitruro de aluminio que se han depositado para llevar a cabo este estudio presentan por lo general una orientación preferente según el eje c , aunque en sus difractogramas aparecen también pequeños picos correspondientes a las reflexiones (10.1), (10.2) y (10.3). La figura 4.61 muestra una comparación entre los tamaños de grano del material depositado sobre los diferentes metales estudiados, así como sobre un sustrato de silicio oxidado. Dichos tamaños de grano se han determinado por difracción de rayos X.

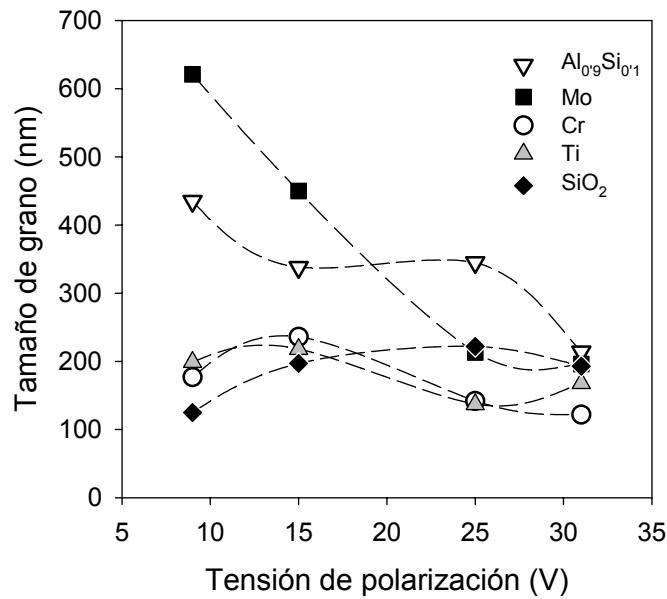


Figura 4.61. Tamaño de grano del AlN depositado sobre diferentes sustratos en función de la tensión de polarización del sustrato para una potencia de radiofrecuencia de 800 W.

De todos los metales estudiados, sólo el aluminio presenta simetría triple, lo cual en principio lo hace especialmente apropiado para depositar sobre él nitruro de aluminio con orientación (00.2). Sin embargo, la superficie metálica que permite obtener nitruro de aluminio con los mayores tamaños de grano (entre 20 nm y 60 nm, mayores cuanto menor sea V_s) es el molibdeno, que presenta una orientación {110}, sin simetría triple. Sobre aluminio, en cambio, el nitruro presenta tamaños de grano menores, entre 20 nm y 40 nm (mayores cuanto menor sea V_s). Estos resultados confirman los obtenidos por otros autores [Iriarte03, Lee04], que ya se mencionaron en el primer párrafo de este apartado, e indican que la simetría triple del sustrato no es tan importante como sostienen muchos autores. La variación del tamaño de grano con la tensión de polarización del sustrato en las láminas depositadas sobre cromo y titanio no sigue una tendencia clara, y los tamaños de grano son menores. Lo mismo ocurre en el caso del AlN depositado sobre silicio oxidado, que presenta tamaños de grano pequeños entre 12 nm y 20 nm.

Se ha observado que el ángulo de Bragg del pico de difracción de rayos X correspondiente a la reflexión (00.2) del nitruro de aluminio siempre es menor en el material depositado sobre silicio oxidado, con un valor de $17^{\circ}85'$, frente al valor nominal de $18^{\circ}02'$. Esto indica que dicho material sufre un estrés compresivo mucho más acusado que el depositado sobre los metales, lo cual coincide con los resultados

obtenidos al deducir el estrés de los granos ajustando los picos de difracción de rayos X mediante funciones de pseudo-Voigt (según el método que se describió en el apartado 3.1.3) y con el cálculo del estrés residual a partir del método de Stoney (ver apartado 3.3.3). Por tanto, parece que el uso de sustratos metálicos permite reducir parte del estrés comúnmente presente en el nitruro de aluminio depositado sobre silicio (100). Por último, las películas de nitruro de aluminio depositadas con diferentes valores de potencia aplicada muestran tamaños de grano y variaciones del estrés similares a los mencionados.

A la vista de estos resultados, el molibdeno parece ser el metal sobre el que se obtienen las mejores películas de nitruro de aluminio, por lo que se ha estudiado su crecimiento sobre dicho metal más a fondo. La figura 4.62 muestra la dependencia con la tensión de polarización del sustrato del estrés residual y del tamaño de grano de películas de AlN depositadas sobre una capa de molibdeno de 300 nm de espesor:

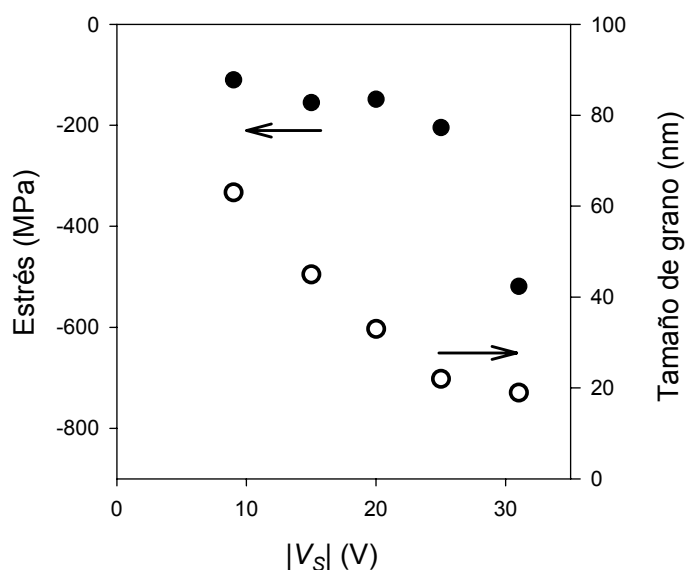


Figura 4.62. Estrés residual (●) y tamaño de grano (○) en función de la tensión de polarización del sustrato para películas de nitruro de aluminio depositadas sobre molibdeno con una presión de 7 mTorr, con el 50% de nitrógeno en el gas y una tensión de cátodo de 1.700 V.

Como puede observarse, el estrés residual del nitruro de aluminio es mucho menor cuando el material se deposita sobre metal, para las mismas condiciones de depósito. Por lo tanto, el uso de una capa de molibdeno como sustrato para depositar el nitruro de aluminio puede ser útil en casos en los que sea importante obtener un material con un estrés bajo, como es el caso de los sistemas microelectromecánicos

(MEMS). Por otro lado, las películas de nitruro de aluminio presentadas en la figura anterior presentan una respuesta piezoeléctrica moderada; el valor más alto de k^2 (0'5%) corresponde a la película con un mayor tamaño de grano.

Tras determinar las condiciones óptimas para obtener nitruro de aluminio sobre capas de molibdeno se ha llevado a cabo un estudio sobre la influencia de la calidad cristalina del metal en las propiedades del AlN, con el fin de mejorar su respuesta piezoeléctrica. Para ello se han variado durante el depósito del molibdeno la tensión de polarización del sustrato (entre 10 V y 14 V) y la presión de argón (entre 1'4 mTorr y 10 mTorr), fijando el tiempo de depósito para obtener un espesor fijo de 300 nm. Los resultados obtenidos demuestran que la presión de depósito no influye de forma significativa en las propiedades del molibdeno obtenido. Por el contrario, su cristalinidad mejora al aumentar la tensión de polarización del sustrato. La figura 4.63 muestra los difractogramas de rayos X de dos muestras representativas de nitruro de aluminio de características similares depositado sobre dos capas de molibdeno del mismo espesor con propiedades cristalinas muy diferentes:

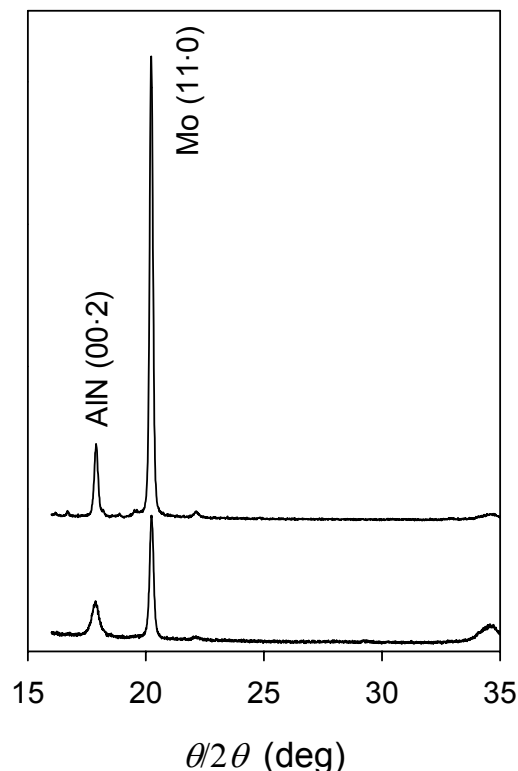


Figura 4.63. Difractogramas de rayos X de películas de nitruro de aluminio depositadas en las mismas condiciones sobre películas de molibdeno con un espesor de 300 nm y distintas calidades cristalinas.

Estos difractogramas muestran cómo las calidades cristalinas de ambas películas están relacionadas entre sí. Para medir la calidad cristalina del molibdeno se ha utilizado el ancho a mitad de altura del pico correspondiente a la reflexión (11.0), ya que el método utilizado para determinar el tamaño de grano [De Keijser83] no permite cuantificar el tamaño de cristales de más de 130 nm (caso que se da con frecuencia en las películas de molibdeno). Como puede verse en la figura anterior, cuanto mejor es la calidad de la película metálica también es mejor la del nitruro de aluminio depositado sobre ella.

La figura 4.64 muestra el tamaño de grano y el coeficiente k^2 de un conjunto de películas de nitruro de aluminio depositadas en las mismas condiciones sobre molibdeno en función de la calidad cristalina del metal:

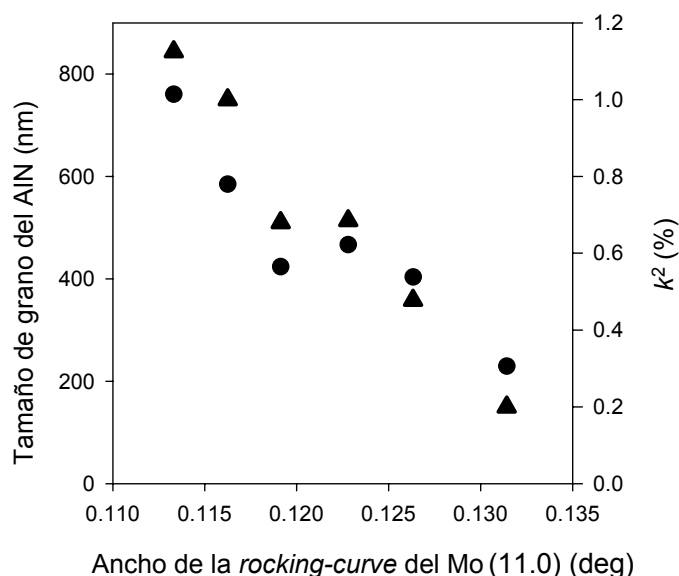


Figura 4.64. Tamaño de grano (●) y coeficiente de acoplo electromecánico (▲) del nitruro de aluminio en función del ancho a mitad de altura del pico $\theta/2\theta$ de la reflexión (11.0) del molibdeno.

Como puede verse, el tamaño de grano del nitruro de aluminio es mayor cuanto mejor es la calidad del molibdeno (es decir, cuanto menor es el ancho a mitad de altura de su *rocking-curve*). A su vez, esta mejora en las propiedades cristalinas del nitruro de aluminio lleva consigo una mejora de su respuesta piezoeléctrica, como puede verse también en la figura 4.64. Las películas de nitruro de aluminio depositadas sobre las mejores láminas de molibdeno presentan valores de k^2 que llegan a alcanzar el 1'1%. Estos resultados muestran que para conseguir nitruro de

aluminio de buena calidad sobre molibdeno no sólo hay que optimizar el depósito del AlN, sino también el del metal.

4.6. RESUMEN DE LOS RESULTADOS MÁS RELEVANTES

A lo largo de este capítulo se ha estudiado en primer lugar cómo influyen los parámetros del depósito de nitruro de aluminio en las propiedades, tanto cristalinas como piezoeléctricas, del material. De esta forma ha sido posible determinar cuáles son las condiciones que permiten obtener un material con unas características óptimas. A continuación se ha investigado cómo se ven afectadas las características de dicho material por la posible presencia de impurezas en las muestras o por tratamientos posteriores (como los recocidos rápidos). Por último, se ha estudiado también el crecimiento del nitruro de aluminio sobre algunos metales.

La técnica de pulverización reactiva utilizada para depositar las películas de nitruro de aluminio permite controlar los mecanismos de depósito mediante la modificación de ciertos parámetros accesibles, lo cual permite obtener material con diferentes propiedades cristalinas y piezoeléctricas. Los parámetros que pueden modificarse son la presión total en la cámara de depósito, la composición del gas de la descarga, la tensión de polarización del sustrato, la tensión de cátodo o la potencia de radiofrecuencia aplicada.

Para que el material tenga una buena respuesta piezoeléctrica es necesario que las láminas tengan una orientación preferente (00.2); para ello se debe suministrar suficiente energía a los átomos de la superficie de la película durante el proceso de depósito. Se ha determinado que, de todas las especies presentes en el plasma durante un proceso de pulverización reactiva, son los iones positivos (Ar^+ , N^+ y N_2^+) los máximos responsables del aporte de energía al sustrato. Dicha energía puede controlarse modificando la presión de depósito (que determina el número de colisiones que sufren las partículas antes de llegar al sustrato, perdiendo en ellas parte de su energía), la composición del gas de la descarga (ya que los átomos de nitrógeno tienen menos masa que los de argón y, por lo tanto, su energía cinética es menor) o la tensión de polarización del sustrato (que controla la diferencia de potencial que atrae a los iones positivos hacia el sustrato y, por lo tanto, la fuerza con la que chocan contra él). Combinando los valores de estos parámetros es posible obtener películas de

nitruro de aluminio con orientación pura (00.2) para cualquier presión de trabajo, y a la vez minimizar el estrés residual al que están sometidas (relacionado también con la intensidad del bombardeo iónico).

Se han tomado como medida de la calidad cristalina del material el tamaño de grano en la dirección perpendicular a la superficie de la muestra, el grado de orientación (00.2) del material (definido como la relación entre el área integrada del pico de difracción de rayos X correspondiente a la reflexión (00.2) y la suma de las áreas integradas de todos los picos presentes en el difractograma) y el ancho medido a mitad de altura de la *rocking-curve* correspondiente a la reflexión (00.2). Cuanto mayores son el tamaño de grano y el grado de orientación (00.2) y cuanto más estrecha es la *rocking-curve*, mejor es el nitruro de aluminio, desde un punto de vista cristalográfico.

Sin embargo, al contrario de lo que normalmente se cree, unas buenas propiedades cristalinas y una orientación preferente (00.2) no garantizan que la respuesta piezoeléctrica del material sea buena. Únicamente las películas con un grado de orientación (00.2) muy próximo al 100% presentan valores de k^2 significativamente altos. La presencia de trazas, por pequeñas que sean, de picos correspondientes a otras orientaciones en el difractograma de rayos X anula el efecto piezoeléctrico en el material. Los otros parámetros que dan cuenta de la calidad cristalina del material (tamaño de grano, ancho de la *rocking-curve*) influyen en su respuesta piezoeléctrica sólo cuando el grado de orientación (00.2) es suficientemente alto como para que ésta sea buena. El hecho de que la respuesta piezoeléctrica del material se anule en películas con orientaciones mezcladas se debe a la existencia de granos con polaridades opuestas, pero no está claro cómo se relaciona este fenómeno con la aparición de distintos picos en los difractogramas de rayos X.

Se ha desarrollado un método para determinar la calidad cristalina y las propiedades piezoeléctricas del nitruro de aluminio utilizando la técnica de espectrofotometría de infrarrojos. Dicha técnica, más rápida y barata que la difracción de rayos X, proporciona espectros del material en los que la aparición y la posición de distintos picos da una idea de la orientación de los cristales del material y del estrés al que está sometido, lo cual permite a su vez conocer cómo será su respuesta piezoeléctrica. Normalmente se ha utilizado esta técnica en su modalidad de

transmisión, aunque se ha desarrollado también la modalidad de reflexión para los casos en los que no es posible aplicar aquélla.

Las medidas de RBS confirman que el nitruro de aluminio obtenido es estequiométrico. Sin embargo, se ha detectado la presencia de pequeñas concentraciones de argón y oxígeno en las muestras. La incorporación de átomos de argón está relacionada con la energía con la que los iones bombardean el sustrato durante el depósito, y a su vez dificulta la contaminación con oxígeno. El oxígeno presente en las muestras procede del gas residual en la campana de depósito, por lo que puede minimizarse utilizando un buen vacío previo. La cantidad de argón en las muestras tiene una influencia mayor que la de oxígeno en las propiedades cristalinas del material (ancho de la *rocking-curve*, estrés residual), pero en cambio no afecta de forma clara a su respuesta piezoeléctrica. Por el contrario, una mayor cantidad de oxígeno en el nitruro de aluminio hace que el valor de k^2 disminuya de forma acusada.

Mientras que las películas de nitruro de aluminio que no presentan ninguna orientación clara no se ven afectadas tras recocidos térmicos rápidos, las películas con orientación preferente (00.2) y con rastros de otras orientaciones sufren algunas modificaciones tras dicho tratamiento, ya que su tamaño de grano aumenta y aparecen nuevas poblaciones de microcristales; los cambios son más significativos cuanto mejor sea la calidad cristalina de las películas antes del recocido. En este tipo de muestras también tiene lugar una variación del valor de k^2 , aunque la tendencia que sigue dicha variación no está clara.

Debido a que la calidad de las láminas de nitruro de aluminio depende en gran medida del sustrato sobre el que estén depositadas se ha estudiado el depósito del material sobre diferentes sustratos, entre ellos distintas capas metálicas ($\text{Al}_{0.9}\text{Si}_{0.1}$, cromo, molibdeno y titanio). El molibdeno, además de no reaccionar durante el proceso, es el metal sobre el que se obtiene un nitruro de aluminio con mejor calidad. El uso de dicho metal como sustrato permite obtener nitruro de aluminio con un menor estrés residual. Puesto que la calidad cristalina del AlN está relacionada con la del metal se ha llevado a cabo un estudio del depósito de molibdeno con el fin de optimizarlo.

5. DISPOSITIVOS SAW

En este capítulo se van a exponer los trabajos realizados relacionados con el diseño, fabricación y caracterización de los dispositivos electroacústicos fabricados sobre las láminas delgadas de nitruro de aluminio depositadas. Estos dispositivos han tenido dos funciones en el presente trabajo: en primer lugar, evaluar la respuesta piezoeléctrica del material sobre el que están basados y, en segundo lugar, comprobar la validez de dicho material como elemento piezoeléctrico para la fabricación de filtros SAW sobre silicio. En el apartado 3.6 se explicó cómo la medida de los parámetros S de un dispositivo SAW debería permitir en principio caracterizar desde un punto de vista piezoeléctrico el material sobre el que está construido, calculando el valor de su coeficiente de acoplo electromecánico, que está relacionado de forma directa con las características piezoeléctricas del material (ver ecuación 3.20).

Sin embargo, el modelo utilizado para dicho cálculo sólo es válido en el caso de que el dispositivo esté construido sobre un sustrato aislante, homogéneo y semiinfinito. Al trabajar con materiales piezoeléctricos en forma de película delgada depositados sobre sustratos con una cierta conductividad, como es el caso del nitruro de aluminio depositado sobre silicio, aparecen elementos parásitos relacionados con el carácter no aislante del sustrato que distorsionan la respuesta del dispositivo en todo el margen de frecuencias. Estas perturbaciones impiden determinar el valor de k^2 directamente a partir de las medidas. El carácter conductor del sustrato es el origen de un acoplo electromagnético entre los electrodos que forman el filtro SAW, que puede ser eliminado mediante un filtrado temporal que, como se verá más adelante, puede llevarse a cabo a través del propio sistema de medida de los espectros (el analizador Agilent 8753-ES descrito en el apartado 3.6.2). Sin embargo, el hecho de utilizar un sustrato no aislante produce otros efectos que no pueden eliminarse de esta forma, por lo que ha sido necesario modificar el modelo circuital que permite obtener k^2 a partir de los parámetros S del dispositivo, que ya se expuso en la sección 1.2.4 [Campbell98].

En este capítulo se explicará en primer lugar cómo se ha modificado este modelo para simular el comportamiento de un filtro real, teniendo en cuenta todos los elementos que afectan a su respuesta (incluido el acoplo electromagnético). Esta modificación del modelo es la que ha permitido determinar de forma correcta las características piezoeléctricas del material que se han presentado en el capítulo anterior.

No obstante, el hecho de eliminar los elementos parásitos de las medidas no los elimina de los dispositivos en sí; simplemente permite obtener información sobre el nitruro de aluminio sobre el que están contruidos los filtros, incluso aunque éstos no sean adecuados para aplicaciones reales. En la segunda parte de este capítulo se analizará el comportamiento de filtros con diferentes características, relacionándolo con los parámetros tecnológicos y los elementos parásitos que lo afectan. A partir de este estudio será posible determinar la forma de conseguir dispositivos funcionales que puedan utilizarse como filtros propiamente dichos, y no sólo como una herramienta para caracterizar el material.

5.1. MODELADO DE LOS FILTROS SAW

5.1.1. DESARROLLO DEL MODELO

El modelo circuital que se va a presentar se ha desarrollado a partir de los ajustes de los datos experimentales obtenidos, sin presuponer en un principio el origen físico de los parámetros que lo constituyen. El origen real de dichos parámetros se ha identificado sólo a partir de un análisis posterior de los resultados.

En la figura 5.1 se representa el conjunto de medidas de los parámetros S de un filtro característico, junto con la respuesta ideal de un filtro SAW con la misma geometría. Se presentan sólo los parámetros S_{11} y S_{21} , puesto que S_{22} es similar al primero y S_{12} idéntico al segundo. Como puede observarse, el aspecto de los datos experimentales difiere en gran medida de la respuesta del filtro ideal. Como ya se ha indicado, estas distorsiones son debidas a los efectos de los elementos parásitos que afectan a la respuesta del dispositivo y son las que impiden obtener directamente las propiedades piezoeléctricas del material.

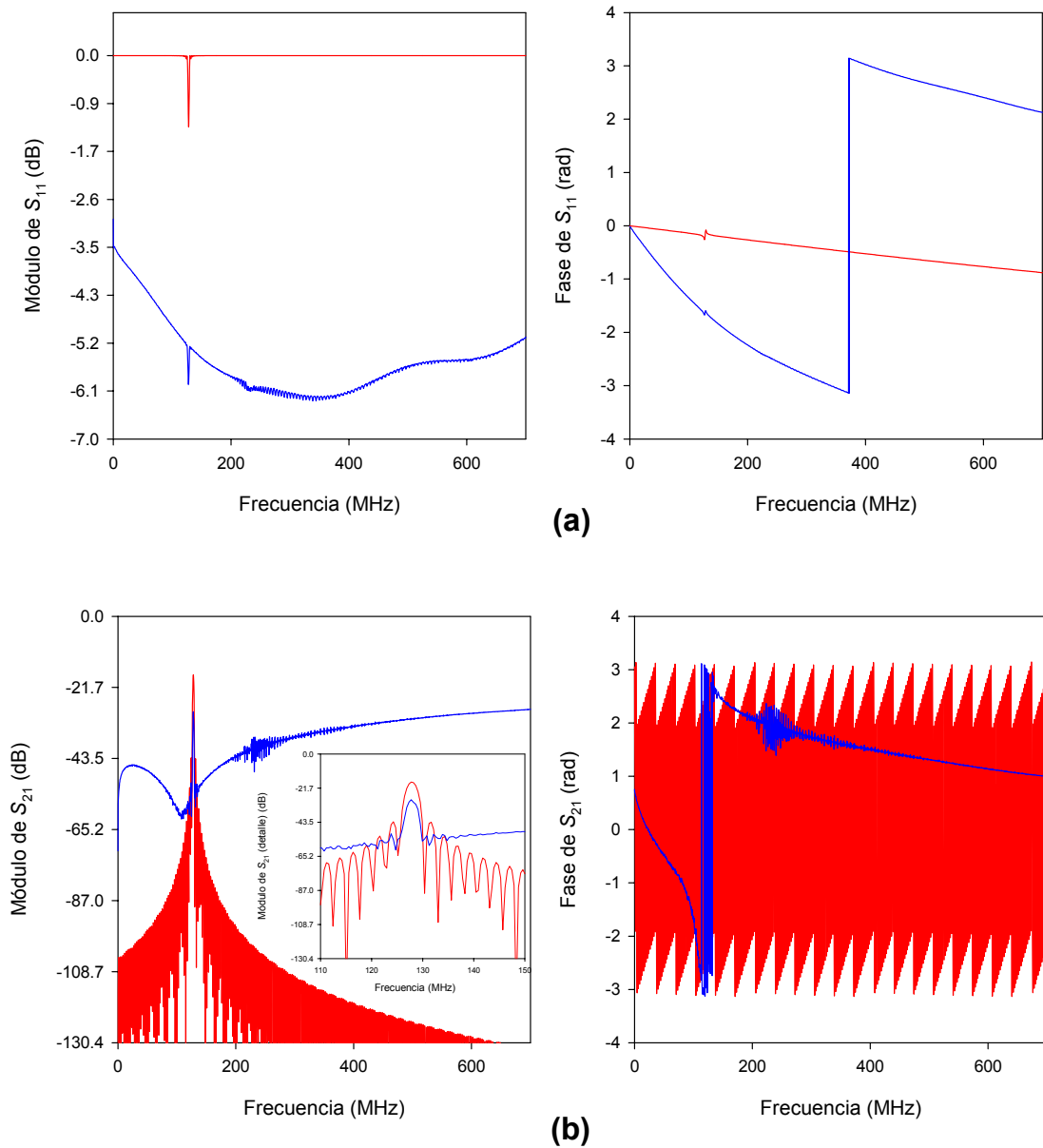


Figura 5.1. Medidas experimentales de los parámetros S de un filtro SAW típico (en azul) junto con la respuesta ideal (en rojo): **a)** módulo y fase de S_{11} **y b)** módulo y fase de S_{21} .

El método para extraer los efectos de dichos elementos parásitos de las medidas de los cuatro parámetros S_{ij} se ha estudiado previamente para distintos componentes electrónicos, como transistores, bobinas o líneas de transmisión [Agilent01]. Este método consiste en representar las contribuciones de los elementos extrínsecos al dispositivo mediante un circuito eléctrico de componentes discretos. Una primera aproximación para obtener un circuito equivalente que tenga en cuenta los efectos parásitos consiste en considerar las impedancias en los puertos de entrada

y salida que dan lugar a reflexiones de las señales eléctricas que entran en el dispositivo y que salen de él. Estos efectos se representan mediante una admitancia en paralelo con el circuito ideal y mediante una impedancia en serie. El carácter capacitivo o inductivo de estas impedancias y admitancias se deduce a partir de la forma en la que varían los parámetros S medidos (ya que los elementos capacitivos actúan a bajas frecuencias, mientras que los inductivos lo hacen a altas frecuencias). De esta forma el circuito eléctrico equivalente queda:

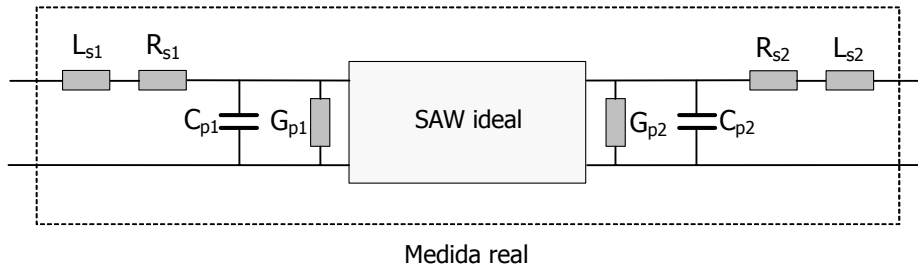


Figura 5.2. Primera aproximación de circuito eléctrico equivalente considerando los efectos parásitos.

donde el bloque marcado como “SAW ideal” corresponde al modelo ideal de un filtro SAW como el expuesto en el apartado 1.2.4.

Considerando este circuito las expresiones de la admitancia en paralelo y la impedancia en serie mencionadas son:

$$Y_{pi} = G_{pi} + j \cdot \omega \cdot C_{pi} \quad (5.1)$$

$$Z_{si} = R_{si} + j \cdot \omega \cdot L_{si} \quad (5.2)$$

Esta modificación afecta al parámetro Y_{11} (y, por simetría, también a Y_{22}), que ahora se transforma en:

$$Y_{ii}^c = \frac{1}{Z_s + \frac{1}{Y_{ii} + Y_{pi}}} \quad (5.3)$$

Por lo tanto, S_{11} y S_{12} (y, por simetría, S_{22} y S_{21}) también se ven afectados, ya que en sus expresiones habrá que sustituir el nuevo valor de Y_{11} dado por la ecuación (5.3). Si se representa la simulación de S_{11} y S_{21} con un circuito que contemple Z_s e Y_p se obtienen las gráficas que se muestran en la siguiente figura:

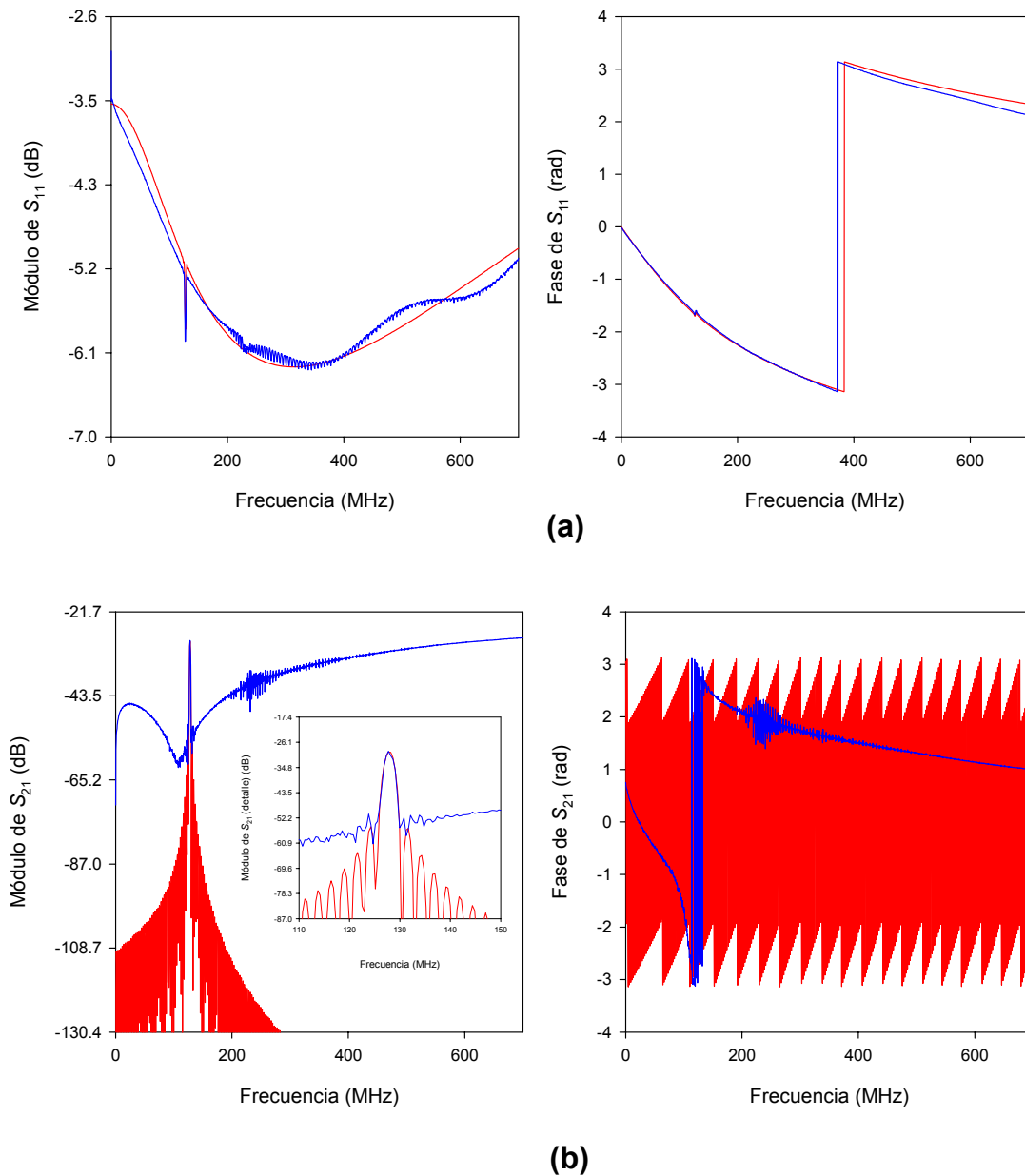


Figura 5.3. Simulación mediante el circuito de la figura 5.2 (en rojo) junto con las medidas experimentales (en azul) de un filtro SAW: **a)** módulo y fase de S_{11} y **b)** módulo y fase de S_{21} .

En la simulación mostrada en la figura anterior (gráficas en rojo), se puede observar que el parámetro S_{11} puede ajustarse relativamente bien utilizando el circuito

de la figura 5.2, mientras que el parámetro S_{21} sigue difiriendo mucho de los datos experimentales. Sin embargo, es importante darse cuenta de que las pérdidas de inserción en la banda (es decir, a la frecuencia de resonancia) de la respuesta simulada han aumentado hasta igualarse a las correspondientes a las medidas experimentales. Si se comparan dichas simulaciones con las medidas experimentales de un filtro real (gráficas en azul de la figura 5.3) puede comprobarse que el ajuste que se obtiene para S_{11} es bastante próximo a la medida real. Sin embargo, el parámetro S_{21} aún muestra un aspecto diferente, por lo que habrá que añadir nuevos elementos al circuito eléctrico equivalente.

Una segunda modificación del circuito eléctrico equivalente del filtro SAW consiste en tener en cuenta los efectos del acoplo electromagnético entre los dos IDTs. Para ello hay que añadir al circuito una admitancia en paralelo Y_t , según se muestra en la figura 5.4. Una vez más, la topología de esta nueva sección del circuito se ha determinado a partir de la observación de las medidas experimentales.

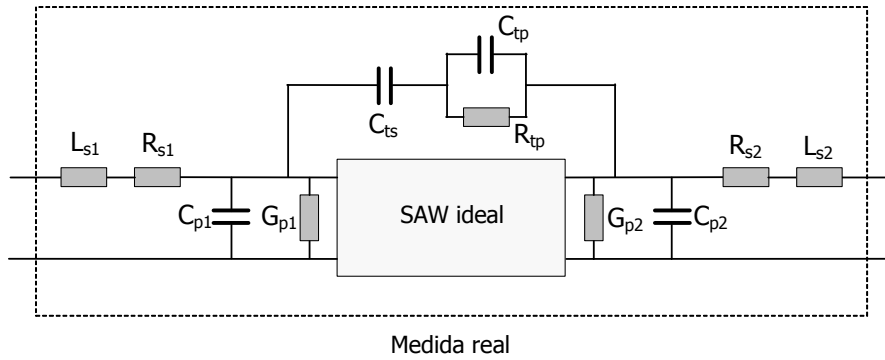


Figura 5.4. Segunda aproximación del circuito eléctrico equivalente considerando los efectos parásitos.

En este segundo paso la admitancia de transferencia Y_{12} se ve también afectada:

$$Y_{ii}^c = Y_{ii} + Y_t \quad (5.4)$$

$$Y_{ij}^c = Y_{ij} - Y_t \quad (5.5)$$

siendo

$$Y_t = j \cdot \omega \cdot C_{ts} + \frac{1}{R_{tp} + \frac{1}{j \cdot \omega \cdot C_{tp}}} \quad (5.6)$$

Este circuito equivalente permite obtener una simulación del módulo de S_{21} como la que se muestra en la siguiente figura:

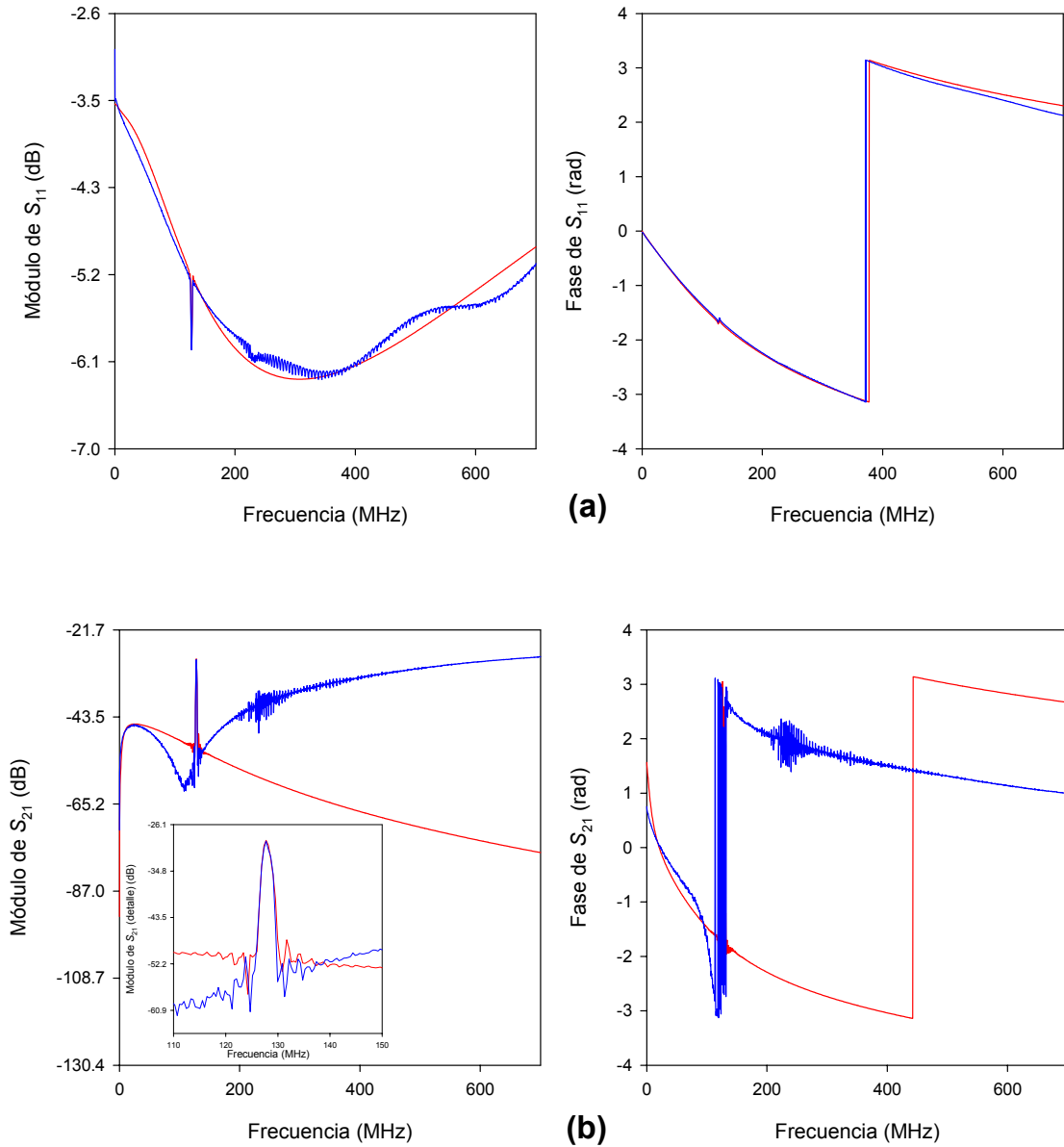


Figura 5.5. Simulación mediante el circuito de la figura 5.4 (en rojo) junto con las medidas experimentales (en azul) de un filtro SAW: **a)** módulo y fase de S_{11} **y b)** módulo y fase de S_{21} .

Comparando esta simulación con la curva correspondiente a la medida de un filtro real puede comprobarse que se ajusta bastante bien al valor medido de S_{21} a

bajas frecuencias; sin embargo, para altas frecuencias todavía hay que mejorar el ajuste. Para ello es necesario añadir al circuito equivalente una impedancia en serie hasta tierra. Con esto, el circuito equivalente completo queda como se ve en la figura 5.6.

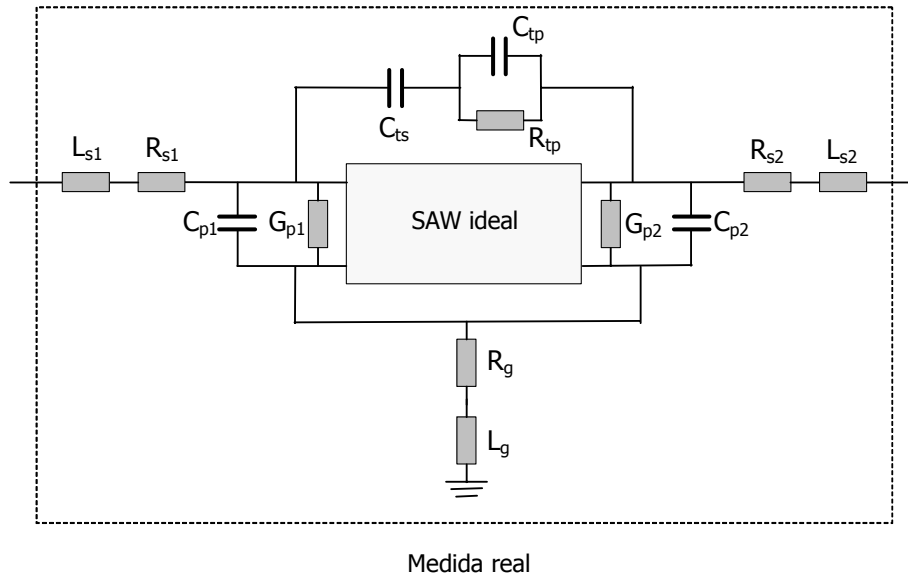


Figura 5.6. Circuito eléctrico equivalente considerando todos los efectos parásitos.

En este caso son los parámetros Z los que se ven afectados de la siguiente forma:

$$Z_{ii}^c = Z_{ii} + Z_g \quad (5.7)$$

$$Z_{ij}^c = Z_{ij} + Z_g \quad (5.8)$$

siendo

$$Z_g = R_g + j \cdot \omega \cdot L_g \quad (5.9)$$

Este circuito proporciona ya un ajuste bastante bueno del parámetro S_{21} . En la siguiente figura se puede ver la representación del módulo de dicho parámetro según las medidas experimentales, junto con los ajustes obtenidos a partir del circuito de la figura 5.6:

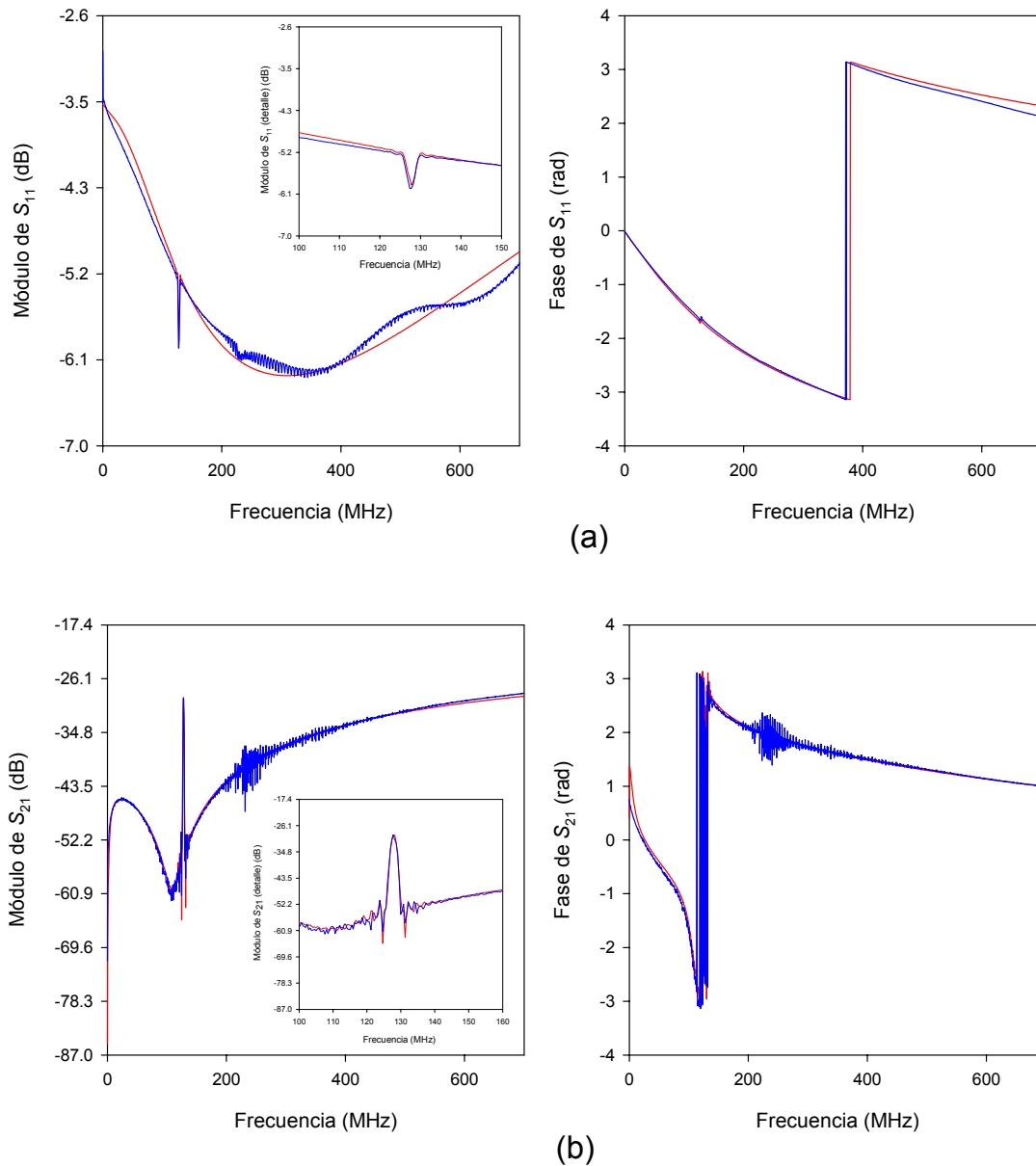


Figura 5.7. Simulación mediante el circuito de la figura 5.6 (en rojo) junto con las medidas experimentales (en azul) de un filtro SAW: **a)** módulo y fase de S_{11} **y b)** módulo y fase de S_{21} .

Los ajustes podrían llevarse a cabo a partir de las ecuaciones que describen el comportamiento del circuito de la figura 5.6. Sin embargo, estas ecuaciones son excesivamente complicadas, tanto para su resolución analítica como para utilizar un método sencillo de cálculo numérico, por lo que resulta más práctico ajustar las curvas gráficamente. En primer lugar es necesario calcular la respuesta ideal según el modelo circuital expuesto en las ecuaciones (1.22) a (1.27), hallando el valor de los

parámetros Y en este caso. A continuación hay que añadir los efectos de las admitancias parásitas en paralelo dadas por la ecuación (5.1); esto proporciona unos valores corregidos de los parámetros Y dados por:

$$Y_{p11} = Y_{11} + Y_p \quad Y_{p22} = Y_{22} + Y_p \quad (5.10)$$

$$Y_{p12} = Y_{p21} = Y_{12} = Y_{21} \quad (5.11)$$

A estos nuevos parámetros habrá que sumarle la admitancia de transmisión Y_t añadida en el circuito de la figura 5.4, con lo que los parámetros Y corregidos quedan finalmente

$$Y_{c11} = Y_{p11} + Y_t \quad Y_{c22} = Y_{p22} + Y_t \quad (5.12)$$

$$Y_{c12} = Y_{c21} = Y_{p12} - Y_t \quad (5.13)$$

A continuación se pasa a parámetros Z para poder añadir los efectos de las impedancias parásitas:

$$Z_{11} = \frac{Y_{11}}{\Delta Y} \quad Z_{22} = \frac{Y_{22}}{\Delta Y} \quad (5.14)$$

$$Z_{12} = Z_{21} = -\frac{Y_{12}}{\Delta Y} \quad (5.15)$$

siendo

$$\Delta Y = Y_{11} \cdot Y_{22} - Y_{12} \cdot Y_{21} \quad (5.16)$$

Al tener en cuenta las impedancias en serie dadas por la ecuación (5.2) se obtienen unos nuevos parámetros de impedancia según las siguientes ecuaciones:

$$Z_{s11} = Z_{11} + Z_s \quad Z_{s22} = Z_{22} + Z_s \quad (5.17)$$

$$Z_{s12} = Z_{s21} = Z_{12} \quad (5.18)$$

A continuación se añaden los efectos de la impedancia a tierra añadida en el circuito de la figura 5.6, con lo que se obtienen los parámetros Z corregidos:

$$Z_{c11} = Z_{s11} + Z_g \quad Z_{c22} = Z_{s22} + Z_g \quad (5.19)$$

$$Z_{c12} = Z_{c21} = Z_{s12} + Z_g \quad (5.20)$$

Estos parámetros Z_c , que ya contemplan todos los efectos parásitos, se convierten de nuevo en parámetros Y , de forma que

$$Y_{11} = \frac{Z_{11}}{\Delta Z} \quad Y_{22} = \frac{Z_{22}}{\Delta Z} \quad (5.21)$$

$$Y_{12} = Y_{21} = -\frac{Z_{12}}{\Delta Z} \quad (5.22)$$

donde

$$\Delta Z = Z_{11} \cdot Z_{22} - Z_{12} \cdot Z_{21} \quad (5.23)$$

Por último, los parámetros S del filtro se obtienen a partir de estos parámetros Y finales a través de las ecuaciones (1.35) a (1.38):

$$S_{11} = \frac{(1 - Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 + Z_0 \cdot Y_{22}) + Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}}{(1 + Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 + Z_0 \cdot Y_{22}) - Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}} \quad (5.24)$$

$$S_{12} = \frac{-2 \cdot Z_0 \cdot Y_{12}}{(1 + Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 + Z_0 \cdot Y_{22}) - Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}} \quad (5.25)$$

$$S_{21} = \frac{-2 \cdot Z_0 \cdot Y_{21}}{(1 + Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 + Z_0 \cdot Y_{22}) - Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}} \quad (5.26)$$

$$S_{22} = \frac{(1 + Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 - Z_0 \cdot Y_{22}) + Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}}{(1 + Z_0 \cdot Y_{11}) \cdot (1 + Z_0 \cdot Y_{22}) - Z_0^2 \cdot Y_{12} \cdot Y_{21}} \quad (5.27)$$

Una vez obtenidos estos parámetros S que permiten simular el filtro con todos sus efectos parásitos hay que comparar dicha simulación con la medida real del dispositivo. Representando las dos curvas en la misma gráfica se pueden ir modificando los valores de los parásitos hasta que ambas coincidan al máximo. Después se ajusta la zona de la banda de paso variando los valores de la velocidad de propagación v_s y del coeficiente de acoplo electromecánico k^2 . Al hacer estos ajustes se modifican simultáneamente los parámetros S , Y y Z , así que habrá que ir jugando con unos y otros, teniendo en cuenta que algunos parámetros predominan para rangos de frecuencia determinados, lo cual permite ajustarlos mejor. El resultado final se juzga comparando el ajuste en banda de los parámetros Y_{11} y S_{21} para medidas tanto con un filtrado temporal (procedimiento que se describirá a continuación) como sin él.

5.1.2. ANÁLISIS DE LAS SIMULACIONES OBTENIDAS

Como se ha mencionado anteriormente, uno de los efectos parásitos que afectan a la respuesta de los filtros es el acoplo electromagnético entre los dos IDTs. Dicho efecto puede eliminarse utilizando la función de filtrado temporal de la que dispone el analizador de espectros utilizado. Éste es un procedimiento ampliamente utilizado [Visser88, Didenko00, Hickernell02] que consiste en eliminar la parte de la respuesta de los dispositivos que queda fuera de una cierta ventana temporal. La señal electromagnética se propaga a una velocidad mucho mayor que la de la onda acústica, por lo que en el dominio del tiempo dicho acoplo aparecerá como un pico intenso con un retardo mínimo.

La figura 5.8 muestra un esquema del procedimiento seguido para un filtro construido sobre una oblea de silicio de baja resistividad ($10 \Omega \cdot \text{cm}$):

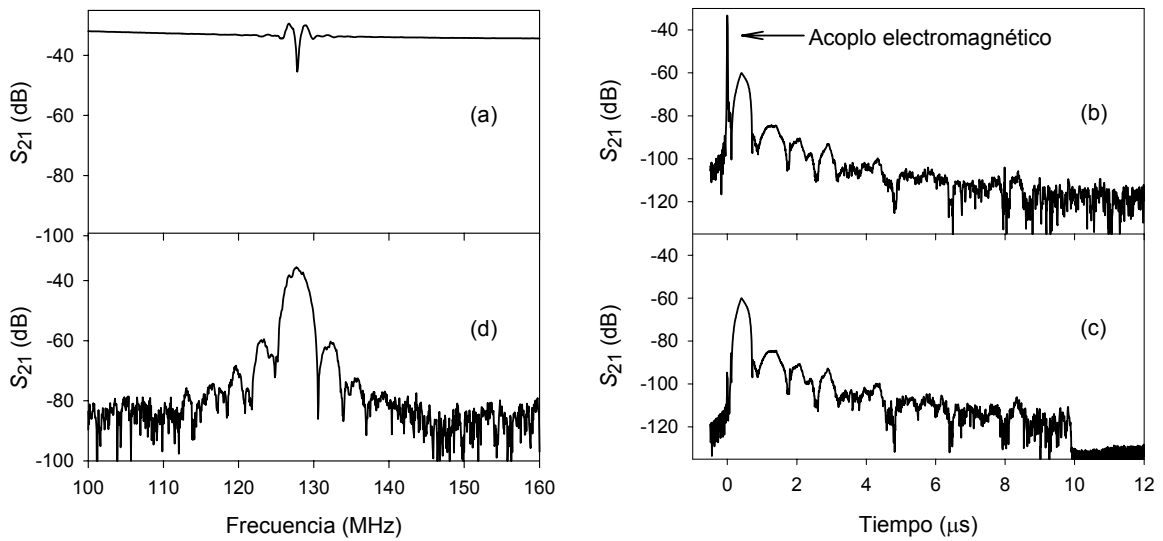


Figura 5.8. Respuestas en el dominio de la frecuencia y del tiempo de un filtro SAW fabricado sobre silicio (100) de 10 Ω -cm antes del filtrado temporal **(a y b)** y tras el filtrado temporal **(c y d)**. El filtrado temporal va de 50 ns a 9950 ns.

Como puede verse en la figura 5.8.a, la respuesta en frecuencia del filtro SAW está muy distorsionada por el acoplo electromagnético, puesto que el dispositivo está construido sobre un sustrato muy conductor. Al pasar dicha respuesta al dominio del tiempo mediante la transformada inversa de Fourier (figura 5.8.b) se ve claramente el pico correspondiente al acoplo electromagnético en un tiempo próximo a cero. Al aplicar una ventana temporal que no permita pasar la señal alrededor de dicho pico se obtiene una respuesta temporal de la que se han eliminado los efectos correspondientes a la transmisión de la señal por el sustrato de silicio (figura 5.8.c). Al pasar de nuevo al dominio de la frecuencia mediante la transformada de Fourier se obtiene una respuesta para los dispositivos que no se ve afectada por el acoplo electromagnético entre los electrodos a través del sustrato (figura 5.8.d). Comparando las respuestas del filtro SAW sin y con filtrado temporal (figuras 5.8.a y 5.8.d) puede observarse una gran diferencia en las pérdidas de inserción fuera de banda (prácticamente de 50 dB), así como una variación notable en la forma de la respuesta dentro de la banda, con un valor máximo diferente. Esto demuestra que el valor del pico de la banda de paso no puede ser considerado por sí mismo como una medida de la calidad piezoeléctrica del material, como han sugerido algunos autores [Nam01, Mortet02] (aunque sí lo sea del comportamiento del dispositivo).

Muchos investigadores utilizan esta posibilidad de llevar a cabo un filtrado temporal con el analizador de espectros durante las medidas de los parámetros S para eliminar el efecto del acoplo electromagnético entre los electrodos. A menudo se toman las medidas resultantes como la respuesta ideal del dispositivo SAW, debido a su forma de función sinc, y se lleva a cabo el cálculo de k^2 a partir de ellas, midiendo la bondad de la respuesta piezoeléctrica del material a través del valor de las pérdidas de inserción del filtro [Hickernell02, Palacios02]. Sin embargo, este procedimiento no es correcto, ya que el filtrado temporal no puede eliminar los efectos de las reflexiones de la señal en los puertos de entrada y salida, que hacen que parte de la señal de entrada no llegue al filtro y que parte de la señal de salida no llegue a la carga. La única forma de solucionar este problema es simulando la respuesta del dispositivo teniendo en cuenta todos los elementos del modelo propuesto.

La figura 5.9 muestra la respuesta SAW de un filtro fabricado sobre un sustrato de silicio cubierto con una capa de molibdeno medida en diferentes condiciones, así como las simulaciones correspondientes y la respuesta de un filtro ideal:

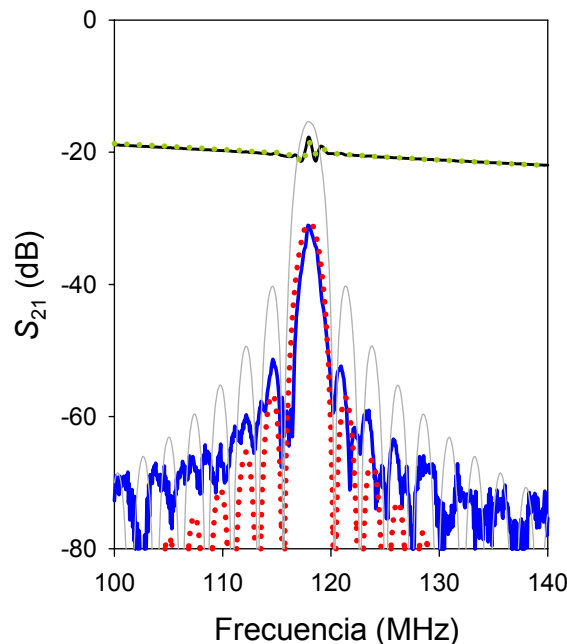


Figura 5.9. Parámetro S_{21} de un filtro SAW de AlN construido sobre molibdeno frente a la frecuencia en diferentes condiciones: **a)** Respuesta medida de un filtro real (línea continua negra), **b)** Respuesta medida con filtrado temporal (línea continua azul), **c)** Simulación teniendo en cuenta todos los elementos del circuito equivalente (línea verde de puntos), **d)** Simulación sin tener en cuenta los elementos relacionados con la transmisión de la señal (línea roja de puntos), y **e)** Simulación hecha sin tener en cuenta ninguno de los elementos del circuito equivalente (línea continua gris).

La medida del filtro real (línea continua negra) tiene el aspecto típico de la respuesta de un dispositivo construido sobre un sustrato muy conductor. Como puede comprobarse, es posible obtener buenos ajustes tanto para esta medida como para la medida hecha con el filtrado temporal del analizador de espectros (línea continua azul) mediante simulaciones que tengan en cuenta distintos elementos del circuito equivalente de la figura 5.6. Para simular la respuesta real del filtro hay que tener en cuenta todos los elementos parásitos, en cuyo caso se obtiene la simulación representada con una línea de puntos verde. En cambio, para la simulación de la respuesta del filtro tras el filtrado temporal (línea de puntos roja) no hay que tener en cuenta los elementos C_{ts} , C_{tp} , R_{tp} , R_g y L_g , ya que estos elementos modelan los efectos parásitos debidos a la transmisión de la señal, que ya han sido eliminados por el analizador de espectros al aplicar la ventana temporal.

Para determinar el valor correcto del coeficiente de acoplo electromecánico del material a través de este dispositivo concreto se han ajustado los parámetros S_{11} y S_{21} utilizando el circuito propuesto completo; el valor de k^2 que se obtiene es de 1'65%. Por el contrario, si se calcula el valor de k^2 utilizando la medida obtenida con el filtrado temporal, a partir de las ecuaciones (1.22) a (1.27), el valor que se obtiene es de 0'32%. Esta diferencia se debe a las pérdidas de señal que tienen lugar en los puertos de entrada y salida debido a las reflexiones. Por otra parte, si se simula el comportamiento de los dispositivos SAW sin considerar ninguno de los elementos añadidos al circuito equivalente del filtro ideal y tomando un valor de k^2 de 1'65% se obtiene la curva que aparece en la figura 5.9 como una línea continua gris, que corresponde a la respuesta de un filtro ideal con dicho valor de k^2 . Puede verse que hay una diferencia de unos 15 dB entre las pérdidas de inserción en este caso y las pérdidas de inserción de la medida de la respuesta del filtro con una puerta temporal. Esta diferencia es la causa de que el error en el cálculo de k^2 pueda llegar a ser de hasta un factor de veinte, dependiendo de los valores de los elementos parásitos de entrada y salida.

La figura 5.10 muestra una comparación entre los valores de k^2 calculados para algunas muestras teniendo en cuenta todos los elementos parásitos y los calculados para las mismas muestras usando el filtrado temporal y sin tener en cuenta ningún elemento parásito:

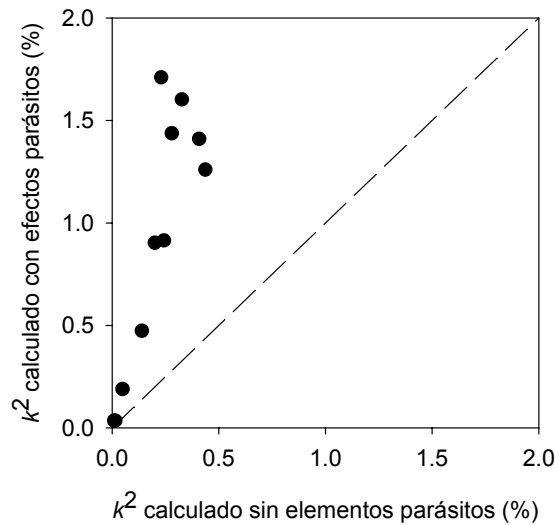


Figura 5.10. Error en el cálculo de k^2 al no tener en cuenta los elementos parásitos.

El modelo descrito en este apartado es el que ha permitido determinar los valores del coeficiente de acoplo electromecánico del nitruro de aluminio para el estudio de las propiedades piezoeléctricas del material que se ha llevado a cabo en el capítulo 4.

5.2. IMPLEMENTACIÓN DE LOS DISPOSITIVOS SAW

En el apartado anterior se ha presentado el circuito equivalente que permite utilizar los filtros SAW como una técnica de caracterización de las propiedades piezoeléctricas del nitruro de aluminio. Sin embargo, algunos de los dispositivos fabricados son inservibles como filtros debido a que el hecho de utilizar sustratos de silicio hace que su respuesta se vea distorsionada en gran medida por los efectos parásitos debidos a la conductividad del sustrato. Un análisis de la forma en la que estos efectos parásitos varían con distintos parámetros tecnológicos (como la resistividad del sustrato o la geometría de los electrodos) permitirá determinar la forma de mejorar la respuesta de los dispositivos.

La figura 5.11 muestra la respuesta en frecuencia típica de un filtro SAW fabricado sobre un sustrato de alta resistividad, en la que se indican los parámetros más relevantes en cuanto a su uso como dispositivo: pérdidas de inserción (PI), pérdidas fuera de banda (PFB), rechazo fuera de banda (RFB), ancho de banda (AB) y

frecuencia central (FC). Un buen filtro debe dejar pasar la señal a la frecuencia de interés con las menores pérdidas posibles, y a la vez mostrar el mayor rechazo posible frente a la señal fuera de la banda. Por tanto, cuanto mayores sean las pérdidas fuera de banda y cuanto más alto sea el rechazo fuera de banda, mejor será el filtro.

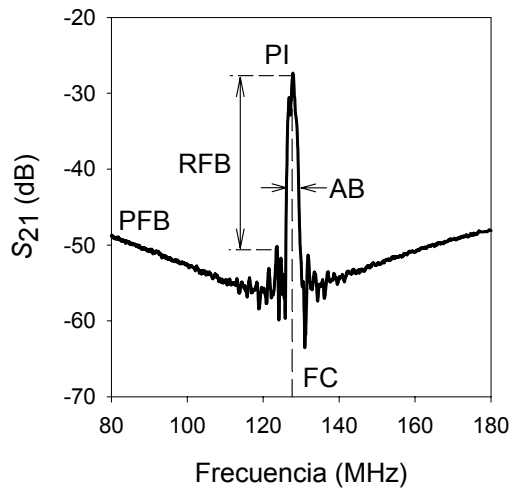


Figura 5.11. Respuesta típica de un filtro SAW con sus características más importantes.

Como se explicó en el capítulo 1, la frecuencia central viene fijada por el periodo espacial de los electrodos, que a su vez depende de la anchura de los peines y de la separación entre ellos, y por la velocidad de propagación de las ondas acústicas generadas, que es característica del material por el que se propagan. Por su parte, el ancho de banda depende del número de pares de peines de los electrodos. Las pérdidas de inserción dependen de las características del material piezoeléctrico (concretamente, del acoplo electromecánico) y el rechazo fuera de banda, en teoría, es fijo, con un valor de 26 dB. Sin embargo, tanto las pérdidas de inserción como el rechazo fuera de banda se ven afectados por los elementos parásitos que se han descrito más arriba.

5.2.1. INFLUENCIA DEL TIPO DE SUSTRATO

Como se explicó en el capítulo 1, aunque las ondas de tipo SAW se propagan por la superficie del material, penetran en su interior una profundidad equivalente a la longitud de onda acústica. Por este motivo, gran parte de la onda acústica viaja por el sustrato sobre el que está depositado el material piezoeléctrico, por lo que es de

esperar que dicho sustrato influya en las características de la onda y, por tanto, en el funcionamiento del filtro.

Con el fin de determinar la influencia del sustrato en el comportamiento de los filtros SAW se han depositado las películas de nitruro de aluminio sobre obleas de silicio de distintas orientaciones y resistividades. Tal como se ha visto más arriba, la respuesta de los filtros SAW fabricados sobre silicio de baja resistividad es muy pobre debido al acoplo electromagnético de la señal entre los IDTs de entrada y salida a través del sustrato o del aire, que reduce drásticamente el rechazo fuera de banda. Esto coincide con lo referido también por algunos investigadores [Nam01, Mortet02]. Probablemente debido a que los sustratos que se utilizan comúnmente en los circuitos integrados son de silicio de baja resistividad, el estudio del comportamiento de los dispositivos sobre sustratos con resistividades más altas no parece haberse llevado a cabo hasta la fecha.

La figura 5.12 muestra la respuesta en frecuencia (es decir, el módulo del parámetro S_{21}) de varios filtros SAW fabricados sobre cuatro sustratos de silicio con distintas orientaciones y resistividades: silicio (100) con $10 \Omega\cdot\text{cm}$ y con $4.000 \Omega\cdot\text{cm}$ y silicio (111) con $40 \Omega\cdot\text{cm}$ y $200 \Omega\cdot\text{cm}$.

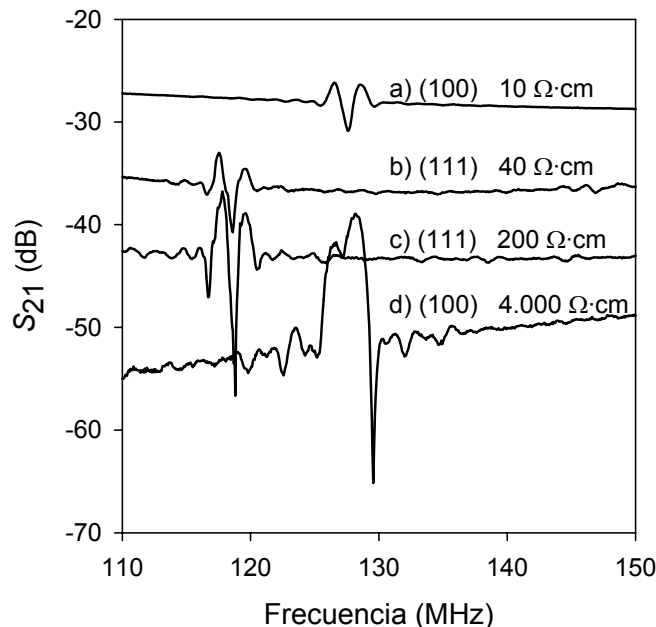


Figura 5.12. Respuesta en frecuencia de filtros SAW contruidos sobre sustratos de silicio de distintas orientaciones y resistividades: **a)** silicio (100) de $10 \Omega\cdot\text{cm}$, **b)** silicio (111) de $40 \Omega\cdot\text{cm}$, **c)** silicio (111) de $200 \Omega\cdot\text{cm}$ y **d)** silicio (100) de $4.000 \Omega\cdot\text{cm}$.

Es evidente que las características de transmisión del filtro se ven afectadas significativamente por el tipo de sustrato utilizado, tanto por su resistividad como por su orientación. La frecuencia de resonancia depende únicamente de la orientación del sustrato, con valores próximos a 117 MHz para el silicio (111) y a 127 MHz para el silicio (100), lo cual se explica teniendo en cuenta que una gran parte de la onda acústica viaja por el sustrato. La velocidad con la que las ondas acústicas se propagan por un material depende de las propiedades de éste, por lo que la orientación del silicio influirá en la velocidad con la que se propagan las ondas por él y, por tanto, en la respuesta del filtro SAW. Se han fabricado también dispositivos sobre sustratos de vidrio; sin embargo, se ha comprobado que la velocidad de propagación de la onda en dichos dispositivos, que coincide con la correspondiente a dichos sustratos (alrededor de 3.000 m/s) resulta demasiado baja. Además, el nitruro de aluminio que crece sobre vidrio tiene muy mala calidad cristalina, por lo que no presenta un buen comportamiento piezoeléctrico y no resulta adecuado para este tipo de aplicación. Por otra parte, puede verse en la figura 5.12 que los valores de las pérdidas de inserción fuera de banda y el rechazo fuera de banda varían con la resistividad del sustrato. Las pérdidas fuera de banda disminuyen al disminuir la resistividad del sustrato, pasando de unos 27 dB para sustratos de 10 $\Omega\cdot\text{cm}$ a unos 55 dB cuando la resistividad del sustrato es de 4.000 $\Omega\cdot\text{cm}$. Esta variación puede atribuirse al mayor acoplo eléctrico entre ambos IDTs a través del sustrato cuando éste se hace más conductivo. De forma simultánea, el rechazo fuera de banda también se reduce al aumentar la conductividad del sustrato, y la respuesta en banda se ve distorsionada, formándose una depresión en el centro de la banda de paso.

5.2.2. RELACIÓN ENTRE LOS PARÁMETROS TECNOLÓGICOS Y LOS ELEMENTOS PARÁSITOS.

Como ya se ha explicado, la respuesta de los filtros SAW se ve distorsionada por la influencia de diversos efectos parásitos, que a su vez están relacionados con distintos parámetros tecnológicos que intervienen en la fabricación de los dispositivos. Por lo tanto, la determinación de los parámetros tecnológicos (conductividad del sustrato, espesor de la película de nitruro de aluminio, geometría de los electrodos, encapsulado) que influyen en mayor medida en cada uno de los componentes del circuito equivalente completo presentado en la figura 5.6 permitirá poder llevar a cabo

un diseño adecuado de los filtros SAW y conseguir dispositivos con un buen funcionamiento. La tabla 5.1 resume las características geométricas de los cuatro tipos de electrodos utilizados en los dispositivos que se han fabricado para este estudio, que ya se describieron en el apartado 2.3:

Tabla 5.1. Características geométricas de los distintos tipos de electrodos utilizados.

Geometría de la máscara	N	λ (μm)	M (λ)	W (μm)	A (cm^2)
	Número de peines	Longitud de onda	Distancia entre los IDTs	Solapamiento entre peines	Área de los electrodos
M2-40	50	40	50	1.000	$1'45 \cdot 10^{-2}$
M2-20	100	20	100-250	300	$7'58 \cdot 10^{-3}$
M2-12	100	12	200	200	$4'06 \cdot 10^{-3}$
M1-40	41	40	50	1.880	$1'67 \cdot 10^{-2}$

Es complicado separar el efecto de cada componente del circuito sobre la respuesta del filtro de los efectos debidos a los otros componentes. Sin embargo, para poder llevar a cabo el análisis con más comodidad se han agrupado los elementos del circuito equivalente en distintos bloques, como muestra la siguiente figura:

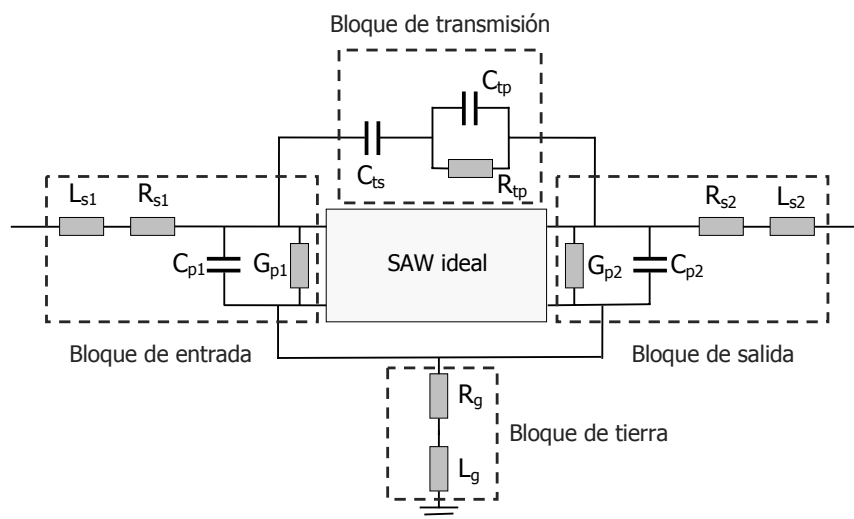


Figura 5.13. Circuito eléctrico equivalente con los distintos bloques que lo forman.

Como se ha mencionado ya, los componentes que pertenecen a los bloques de entrada y salida están relacionados con la reflexión de las señales eléctricas que entran en el dispositivo y de las que salen de él. Su efecto, por tanto, es el de reducir el parámetro de transmisión efectivo (S_{21}) para todo el espectro de frecuencias, independientemente de los parásitos relacionados con la transmisión de la señal. Esta reducción de S_{21} en la banda de paso del filtro es equivalente a una reducción del coeficiente de acoplo electromecánico k^2 del dispositivo. Por otro lado, los elementos de los bloques de transmisión y de tierra en general conducen a un aumento del parámetro S_{21} en todo el margen de frecuencias, lo cual empeora el rechazo de los filtros.

En los bloques de entrada y salida las resistencias en serie R_{S1} y R_{S2} están relacionadas con la resistencia de los electrodos metálicos, y sus valores varían entre 10 Ω y 25 Ω en los dispositivos que se han analizado, sin seguir ninguna tendencia clara. Al aumentar estas resistencias el módulo del parámetro S_{21} sufre un desplazamiento de forma global hacia arriba (hacia valores más próximos a 0 dB). Por su parte, las inductancias L_{S1} y L_{S2} dependen claramente de la longitud de los cables utilizados para conectar el dispositivo al zócalo de medida, de forma que cuanto mayor es la longitud del cable mayor es el valor de dichas inductancias. Sin embargo, estos elementos no tienen una gran influencia sobre S_{21} en el margen de frecuencias de interés. Las resistencias en paralelo R_{P1} y R_{P2} están relacionadas con la resistencia que presenta la película de nitruro de aluminio entre los peines de cada uno de los electrodos. Puesto que el nitruro de aluminio es aislante, los valores de estas resistencias son en general muy altos (más de 20 M Ω); no obstante, pueden llegar a alcanzar valores tan bajos como 10 Ω cuando hay caminos de conducción entre los electrodos (ya sea debido a cortocircuitos entre los peines causados por un proceso de fotolitografía defectuoso o debido a agujeros en la capa de nitruro de aluminio que permitan que la conducción se lleve a cabo a través del sustrato). Todos los componentes mencionados hasta ahora no están relacionados con el diseño de los dispositivos, sino con el encapsulado y con fallos tecnológicos, por lo que su efecto puede minimizarse llevando a cabo dichos procesos de forma cuidadosa.

Las capacidades de entrada y salida en paralelo C_{P1} y C_{P2} no están relacionadas con la capacidad de los electrodos, que ya se ha calculado previamente [Den Otter02] e introducido en el bloque que simula el filtro ideal. Las medidas experimentales indican que C_{P1} y C_{P2} aumentan de forma lineal con el área de los

electrodos y con la inversa del espesor de la película de nitruro de aluminio, como era de esperar. Además, estas capacidades son menores cuanto mayor es la resistividad del sustrato, como puede observarse en la figura 5.14, por lo que llegarían a desaparecer si se utilizaran sustratos aislantes, como el niobato de litio, el zafiro o el cuarzo. Sus valores son coherentes con la capacidad MIS (metal-aislante-semiconductor) formada por el electrodo, la película de AlN y el sustrato de silicio.

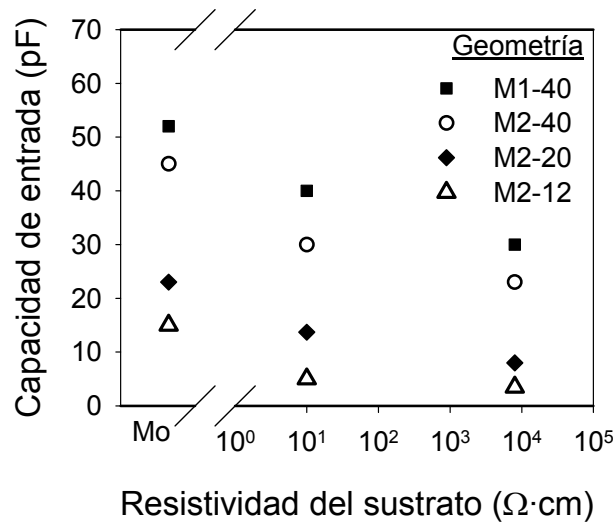


Figura 5.14. Capacidad de entrada frente a la resistividad del sustrato para dispositivos con diferentes geometrías.

También se ha estudiado la influencia de la separación entre los electrodos de entrada y salida (M) fabricando dispositivos con una geometría M2-20 y diferentes valores de M sobre sustratos de silicio de $10 \Omega \cdot \text{cm}$ (utilizando la máscara que puede verse en el centro a la izquierda en la figura 2.9). Se ha comprobado que este parámetro geométrico no afecta a ninguno de los componentes de los bloques de entrada y salida.

Mientras que la mayoría de los elementos mencionados hasta ahora se ven afectados predominantemente por fenómenos extrínsecos al dispositivo, aquéllos que pertenecen al bloque de transmisión (C_{TS} , C_{TP} y R_{TP}) dependen principalmente de propiedades intrínsecas de los filtros, como la resistividad del sustrato, el espesor de la película de nitruro de aluminio o la geometría de los electrodos. La siguiente figura muestra la dependencia de cada uno de estos componentes con la resistividad del sustrato:

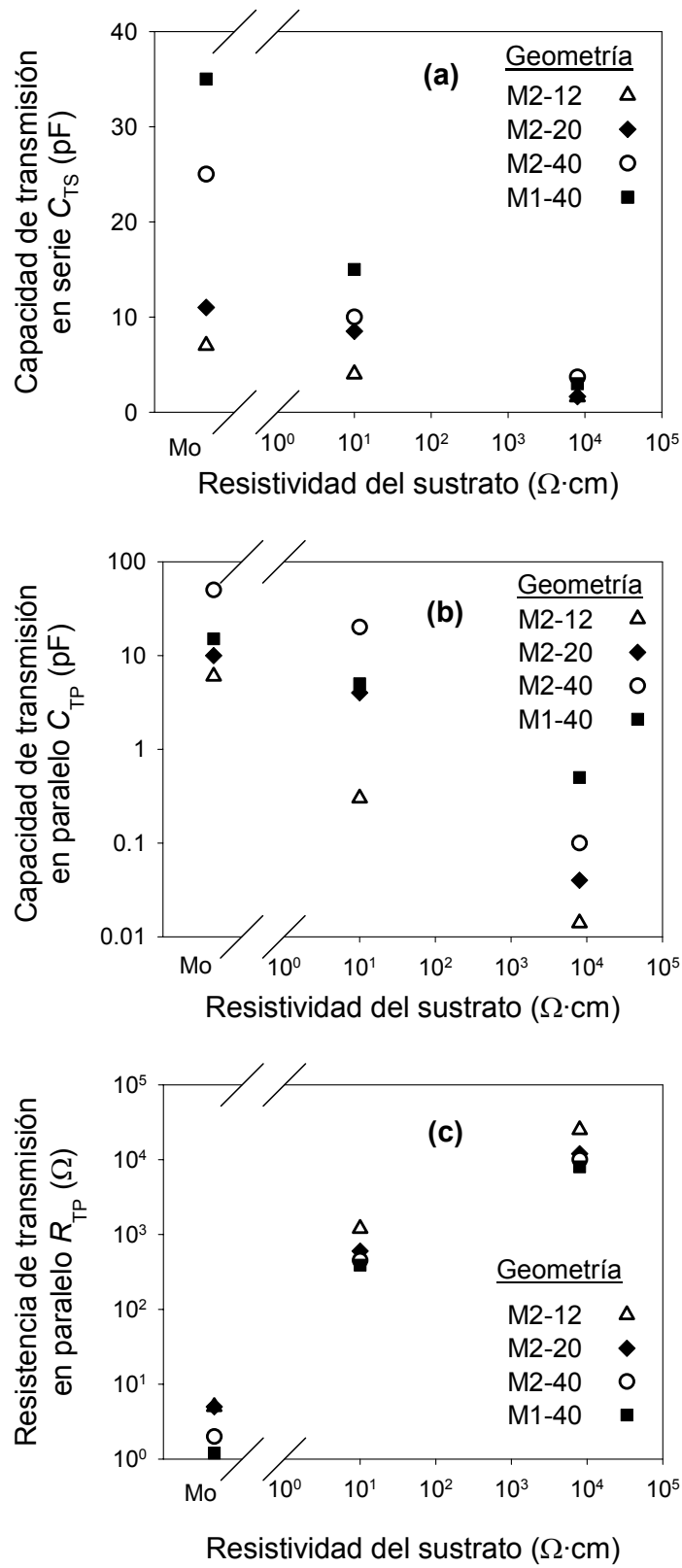


Figura 5.15. Dependencia con la resistividad del sustrato de a) C_{TS} , b) C_{TP} y c) R_{TP} para dispositivos con distintas geometrías.

Los valores de C_{TS} están relacionados con el acoplo entre la señal eléctrica y el sustrato, que es más intensa cuanto menores sean la resistividad de éste y el espesor de la película de nitruro de aluminio y cuanto mayor sea el área de los electrodos. Sin embargo, no se ven afectados por la separación M entre los electrodos, lo cual confirma que dicho elemento modela el acoplo entre la señal y el sustrato. Sus valores son aproximadamente la mitad que los de C_{P1} y C_{P2} .

C_{TP} y R_{TP} modelan el camino que recorre la señal entre ambos electrodos a través del sustrato. C_{TP} disminuye rápidamente al aumentar la resistividad del sustrato, mientras que R_{TP} se comporta de la manera contraria. Ambos parámetros dependen de forma significativa de la geometría de los electrodos, sobre todo del solapamiento entre los peines W y la separación M entre los IDTs (como puede verse en la figura 5.16), pero no del espesor de la película de nitruro de aluminio.

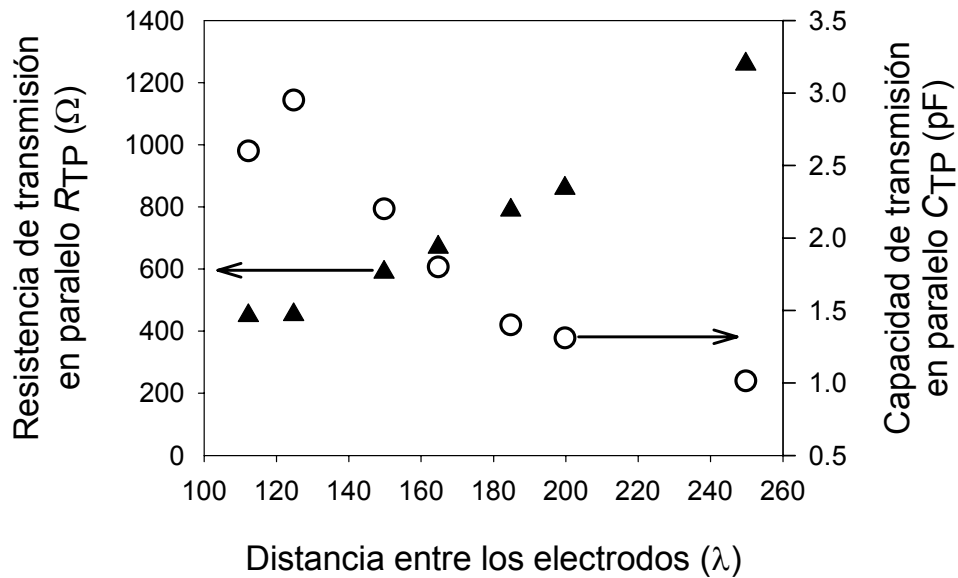
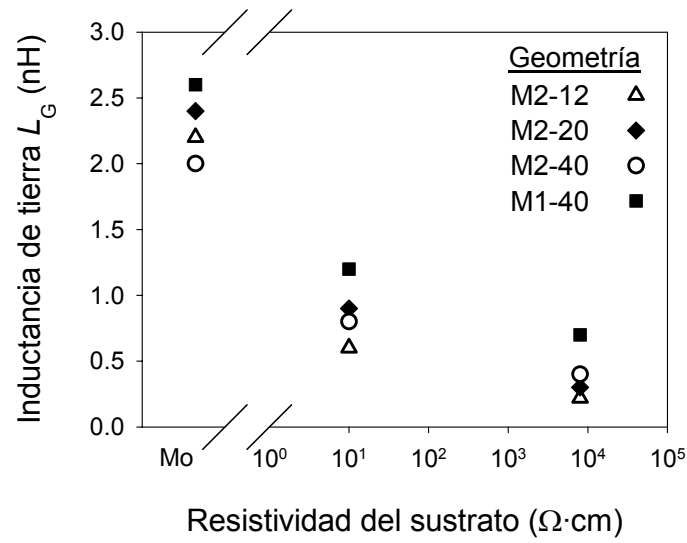
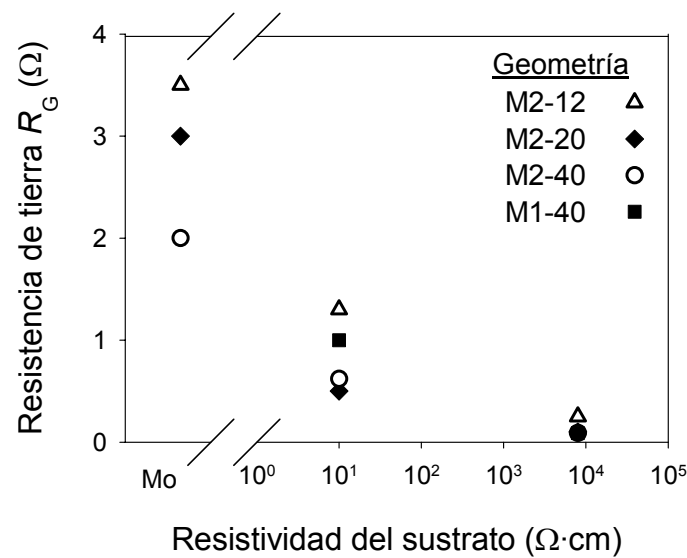


Figura 5.16. R_{TP} y C_{TP} en función de la distancia M entre los electrodos.

Al igual que en el caso de los componentes del bloque de transmisión, los que pertenecen al bloque de tierra están relacionados también con parámetros intrínsecos al dispositivo, en concreto con la resistividad del sustrato y con la geometría de los electrodos. La figura 5.17 muestra la variación de cada uno de los dos componentes de dicho bloque con la resistividad del sustrato para diferentes geometrías:



(a)



(b)

Figura 5.17. Dependencia con la resistividad del sustrato de **a)** L_G y **b)** R_G para distintas geometrías.

Estos resultados prueban que los elementos del bloque de tierra modelan, junto con los del bloque de transmisión, la transmisión de la señal electromagnética entre el electrodo de entrada y el de salida. Sin embargo, se ha comprobado que la inductancia L_G también se ve afectada por el efecto inductivo de la conexión a tierra; esta inductancia se encuentra en paralelo con la debida al sustrato que, al ser mucho menor, es la que fija el efecto conjunto. L_G y R_G prácticamente no dependen del

espesor de la capa de nitruro de aluminio, pero sí de la distancia entre los electrodos, como puede comprobarse en la siguiente figura:

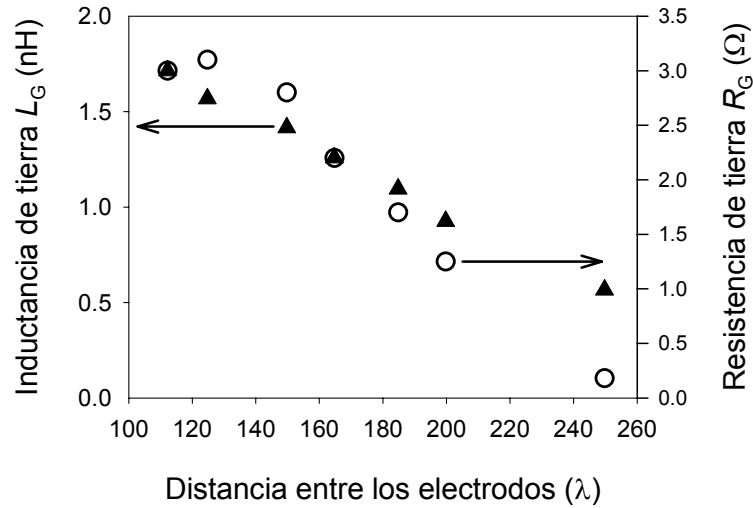


Figura 5.18. Componentes del bloque de tierra (L_G y R_G) en función de la distancia M entre los electrodos para distintas geometrías.

Esto demuestra que, además de dar cuenta de los efectos debidos a las soldaduras, estos elementos del circuito dependen de la transmisión de la señal de un electrodo al otro.

Como resumen de los resultados presentados, la tabla 5.II enumera cada uno de los componentes discretos del circuito equivalente junto con sus valores típicos y los parámetros de los que depende más fuertemente:

Tabla 5.II. Componentes del circuito equivalente que simula el comportamiento de los filtros SAW.

Componente	Dependencia principal	Valores típicos
L_s	Soldaduras	6 – 10 nH
R_s	Electrodos	10 – 25 Ω
R_p	Tecnología / Sustrato	10 – 30.000 Ω
C_p	Área de los electrodos / Sustrato	5 – 60 pF
C_{ts}	Área de los electrodos / Sustrato	2 – 35 pF
C_{tp}	Separación entre los electrodos / Sustrato	0'2 – 50 pF
R_{tp}	Separación entre los electrodos / Sustrato	10 – 25 k Ω
R_g	Soldaduras / Separación entre los electrodos / Sustrato	0 – 2 Ω
L_g	Separación entre los electrodos / Sustrato	0 – 2'5 nH

Los efectos más perjudiciales de estos elementos parásitos son los debidos a la naturaleza conductiva del sustrato, ya que provocan una caída importante del rechazo fuera de banda, al reducir las pérdidas fuera de banda en todo el rango de frecuencias estudiado, y pueden minimizarse utilizando sustratos de silicio de alta resistividad. Si se quieren obtener valores del rechazo fuera de banda similares a los de un filtro ideal (26 dB) es necesario que la resistividad del sustrato sea de unos miles de $\Omega\cdot\text{cm}$. La figura 5.19 muestra el efecto de utilizar sustratos de diferentes resistividades a partir de simulaciones llevadas a cabo utilizando sólo los bloques de transmisión y de tierra del modelo circuital:

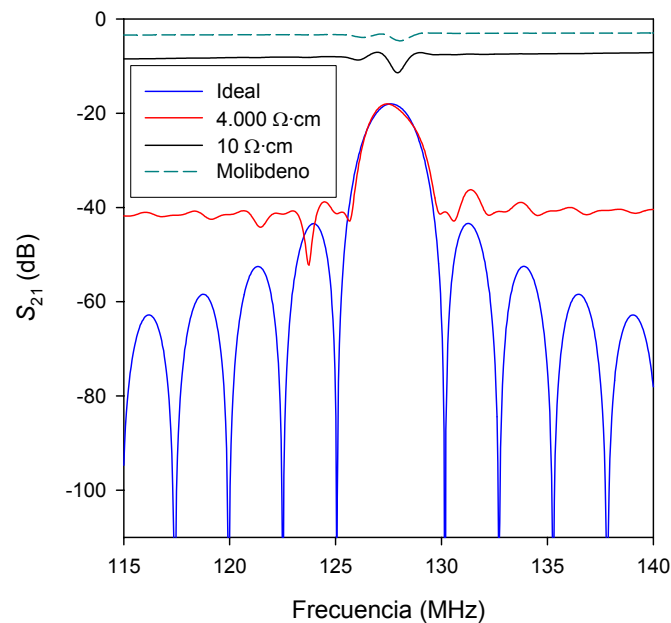


Figura 5.19. Efecto de los elementos de los bloques de transmisión y de tierra en la respuesta de los filtros SAW (sin tener en cuenta los bloques de entrada y salida).

Una vez que el rechazo fuera de banda se ha optimizado es posible mejorar aún más la respuesta de los filtros minimizando sus pérdidas de inserción. El valor de dichas pérdidas viene determinado principalmente por la calidad piezoeléctrica de la película de nitrato de aluminio; sin embargo, también se ve afectado por las impedancias de entrada y salida, que atenúan la señal suministrada al dispositivo (como ya se ha mencionado, las reflexiones debidas a ellas pueden reducir el coeficiente de acoplo electromecánico efectivo hasta veinte veces). Por tanto, para minimizar las pérdidas de inserción C_{P1} y C_{P2} deben tener valores lo más bajos posible, a lo cual contribuye también el uso de sustratos de alta resistividad. Por otra

parte, estas dos capacidades son los únicos elementos de los bloques de entrada y salida que dependen del diseño del filtro. Es posible minimizar sus valores reduciendo el área de los electrodos (incluyendo la línea que une a los peines con el contacto para la soldadura) y aumentando el espesor del nitruro de aluminio. Los otros parámetros tecnológicos (como la distancia entre los electrodos o su resistencia) tienen una importancia secundaria. La siguiente figura muestra los efectos de variar C_{P1} y C_{P2} (a través del uso de sustratos con diferentes resistividades); las respuestas de los filtros se han simulado utilizando sólo los bloques de entrada y salida del modelo circuital.

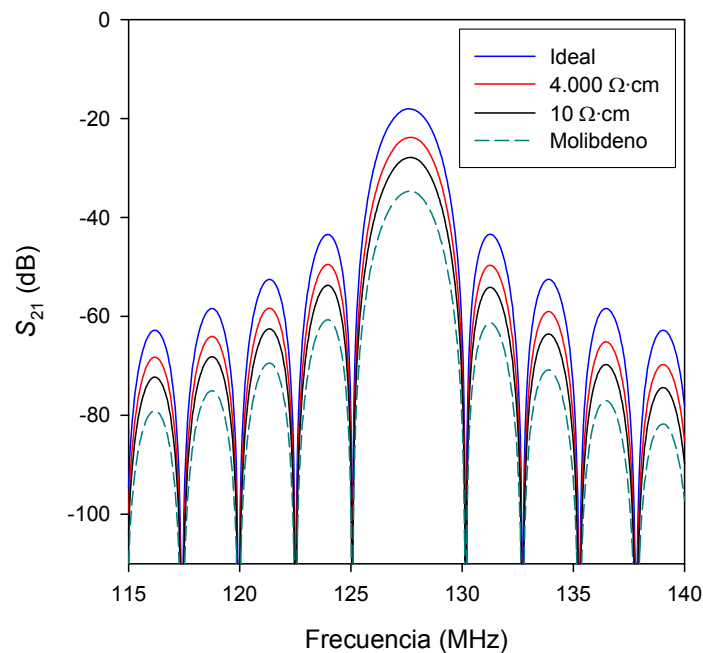


Figura 5.20. Efecto de los elementos de los bloques de entrada y salida en la respuesta de los filtros SAW (sin tener en cuenta los bloques de transmisión y tierra).

A la vista de los resultados expuestos, es posible fijar algunos criterios que permitan optimizar el funcionamiento de los filtros SAW de capas delgadas de nitruro de aluminio policristalino depositado sobre sustratos conductores. Como ya se ha indicado, las reflexiones en los puertos del filtro dan lugar a una reducción del coeficiente de acoplo electromecánico k^2 . Dicha reducción debida a las reflexiones de la señal puede minimizarse utilizando hilos cortos para soldar el dispositivo al zócalo de medida, así como utilizando electrodos con un área pequeña y sustratos con la mayor resistividad posible. Además, hay que intentar evitar en la medida de lo posible la presencia de defectos tecnológicos, como por ejemplo cortocircuitos, durante la

fabricación de los filtros SAW. El uso de sustratos de silicio de alta resistividad también reduce los efectos del acoplo electromagnético entre los electrodos, que provoca un empeoramiento en el funcionamiento del filtro al distorsionar su respuesta y disminuir el rechazo fuera de banda. De igual forma, el uso de películas gruesas de nitruro de aluminio también favorece la disminución de los efectos parásitos debidos a la transmisión de la señal.

6. CONCLUSIONES

En esta tesis se han estudiado el procedimiento para obtener películas delgadas de nitruro de aluminio policristalino depositadas a baja temperatura por pulverización reactiva y la aplicación de dicho material piezoeléctrico en dispositivos de ondas acústicas de superficie. A continuación se resumen los resultados y conclusiones más importantes del trabajo realizado.

- Se han depositado películas delgadas de nitruro de aluminio policristalino mediante pulverización reactiva de un blanco de aluminio en una atmósfera de argón y nitrógeno variando las condiciones de depósito, en concreto la potencia de radiofrecuencia aplicada al blanco, la presión total, la concentración de nitrógeno en el gas, la tensión aplicada al cátodo y la tensión de polarización del sustrato. La variación de dichos parámetros ha permitido obtener material con diferentes propiedades cristalinas y piezoeléctricas.
- Para que una película policristalina de nitruro de aluminio presente una buena respuesta piezoeléctrica es necesario que tenga una orientación preferente en la dirección (00.2). Los cristales del material crecen con dicha orientación siempre que se suministre suficiente energía a la película durante su crecimiento. De entre todas las partículas presentes en el gas de la descarga, se ha llegado a la conclusión de que los iones de argón son los principales responsables de este aporte energético.
- La energía con la que los iones de argón llegan a la superficie de la película en crecimiento disminuye cuanto mayor es la presión total de trabajo. Sin embargo, es posible obtener películas con orientación (00.2) para cualquier presión siempre que se le aplique al sustrato una tensión de polarización suficientemente elevada que acelere dichos iones. Esto hace que el estrés residual al que se ve sometido el material aumente, por lo que hay que llegar a un compromiso entre los valores de la presión total y la tensión de polarización del sustrato de manera que se obtenga nitruro de aluminio con orientación (00.2) y con el menor estrés posible. El valor óptimo de tensión de polarización para una presión dada depende del sustrato sobre el que se esté depositando el material, ya que cuanto menor sea su resistividad la tensión necesaria para conseguir la orientación deseada será menor.
- Cuando la energía suministrada a la película durante su crecimiento no es suficientemente alta las películas no muestran una orientación preferente clara y su respuesta piezoeléctrica desciende, pudiendo llegar a anularse. No obstante, si la

energía es excesiva las películas obtenidas, a pesar de tener orientación (00.2), sufren daños en su estructura cristalina e incluso llegan a convertirse en películas amorfas, por lo que sus propiedades piezoeléctricas se deterioran.

- Se ha llevado a cabo un estudio sobre la influencia de las condiciones de depósito en la incorporación de impurezas (oxígeno y argón) al material, así como sobre la influencia de éstas en las propiedades del material obtenido. La calidad cristalina del nitruro de aluminio empeora al aumentar la concentración de argón en las láminas; sin embargo, puesto que ambas variables están relacionadas con un aumento del bombardeo iónico durante el depósito, no es posible asegurar que el empeoramiento de las propiedades cristalinas del material se deba a la mayor cantidad de argón. Por otro lado, la concentración de oxígeno en las muestras no influye claramente en las propiedades cristalinas del nitruro de aluminio. Por el contrario, la respuesta piezoeléctrica del material no parece depender de la cantidad de argón, aunque su coeficiente de acoplo electromecánico disminuye claramente cuando la concentración de oxígeno aumenta.
- Tras depositar el nitruro de aluminio se han llevado a cabo recocidos rápidos (RTAs) entre 900°C y 1.300°C para estudiar la influencia de dichos tratamientos en sus propiedades. Se ha comprobado que cuando el material de partida no presenta una orientación (00.2) clara no tienen lugar variaciones significativas ni en cuanto a su cristalinidad ni en cuanto a su respuesta piezoeléctrica. Por el contrario, cuando el material presenta una orientación preferente (00.2) tiene lugar un proceso de recristalización y la calidad cristalina mejora. Estos efectos son más acusados cuanto mayor sea el grado de orientación según el eje *c* de las películas antes del recocido.
- Para estudiar la influencia del sustrato sobre las propiedades del material se han depositado películas de nitruro de aluminio sobre distintos sustratos, entre los que se encuentran diferentes metales (aluminio, cromo, molibdeno y titanio). Se ha comprobado que los sustratos de aluminio reaccionan durante el depósito con el nitrógeno del gas de la descarga y se convierten en nitruro de aluminio. En el caso del titanio hay también una incorporación significativa de nitrógeno a la película metálica que, sin embargo, no reacciona con él. Los sustratos de cromo y molibdeno tampoco reaccionan al depositar sobre ellos nitruro de aluminio. El metal que permite obtener un nitruro de aluminio de mejor calidad es el molibdeno.

-
- Se ha desarrollado un método para caracterizar estructuralmente el material por espectrofotometría de infrarrojos por transformada de Fourier, que es una técnica mucho más rápida y cómoda que la difracción de rayos X. La relación entre las alturas de los dos picos que aparecen en los espectros de transmisión del nitruro de aluminio permite conocer cuándo una película tiene una orientación pura (00.2) y, por tanto, cuándo puede presentar una buena respuesta piezoeléctrica. Este estudio se ha llevado a cabo mediante medidas de transmisión de infrarrojos, pero es posible obtener esta misma información en los casos en los que no es posible realizar este tipo de medidas (por ejemplo, cuando el sustrato sobre el que se ha depositado el nitruro de aluminio sea un metal) a partir de medidas de reflexión.
 - La caracterización de las propiedades piezoeléctricas del nitruro de aluminio se ha llevado a cabo mediante la fabricación de filtros de ondas acústicas en superficie. Sin embargo, la presencia de efectos parásitos que distorsionan la respuesta de los dispositivos es la causa de que el coeficiente de acoplo electromecánico del material obtenido no sea el correcto. Con el fin de poder caracterizar el material de forma adecuada ha sido necesario desarrollar un modelo circuital con elementos discretos que simule el comportamiento real de los filtros. Aplicando este modelo a las medidas experimentales de la respuesta de los dispositivos es posible eliminar de ellas los efectos parásitos y obtener la respuesta debida al material en sí.
 - El modelo desarrollado consta de unas impedancias en serie con el circuito ideal que simulan las reflexiones de la señal en los puertos de entrada y de salida, de una admitancia en paralelo que simula la transmisión de la señal entre los electrodos y de una resistencia y una admitancia entre el circuito y tierra para simular los efectos de las soldaduras. Por otra parte, se ha estudiado la dependencia de cada uno de estos elementos del modelo circuital con los parámetros tecnológicos. El ajuste obtenido utilizando este modelo es excelente para los parámetros S_{11} y S_{21} tanto en módulo como en fase en un margen de frecuencias muy amplio.
 - A pesar de que el circuito equivalente permite eliminar los elementos parásitos de la respuesta del filtro, no los elimina del dispositivo en sí. Por ese motivo se ha analizado el comportamiento de los dispositivos en función de los diferentes parámetros tecnológicos, con el fin de poder optimizar su diseño. La velocidad de propagación de la onda acústica depende de la orientación del sustrato, mientras que las pérdidas de

inserción fuera de banda y el rechazo fuera de banda dependen principalmente de su resistividad.

- La pulverización reactiva de radiofrecuencia es una técnica de depósito a baja temperatura, compatible con las tecnologías del silicio, que permite obtener nitruro de aluminio policristalino adecuado para aplicaciones piezoeléctricas, entre las que se encuentran los dispositivos de onda acústica en superficie. La información sobre el material proporcionada por este trabajo puede permitir estudiar la posibilidad de su aplicación en otro tipo de dispositivos, como por ejemplo los dispositivos de onda acústica en volumen, los sistemas microelectromecánicos, etc.

7. BIBLIOGRAFÍA

-
- [Aardahl99] C. L. Aardahl, J. W. Rogers Jr., H. K. Yun, Y. Ono, D. J. Tweet and S. T. Hsu, *Thin Solid Films* **346** (1999), pp. 174-180.
- [Agilent01] Agilent Technologies, *De-embedding and embedding S-parameter networks using a vector network analyzer*, Application note 1364-1 (2001).
- [Akiyama04] M. Akiyama, K. Nagao, N. Ueno, H. Tateyama and T. Yamada, *Vacuum* **74** (2004), pp. 699-703.
- [Aita82] C. R. Aita, *J. Appl. Phys.* **53** (1982), pp. 1807-1808.
- [Amsel71] G. Amsel, J. P. Nadai, E. d'Artemare, D. David, E. Girard and J. Moulin, *Nucl. Instr. And Meth.* **92** (1971), pp. 481-498.
- [Assouar02] M. B. Assouar, O. Elmazria, L. Le Brizoual and P. Alnot, *Diamond and Related Materials* **11** (2002), pp. 413-417.
- [Banda95] P. A. Banda Rueda, *Investigation on Surface Acoustic Wave Gas Sensors. Application to Ozone Sensing*, Tesis doctoral, Department of Communication and Electronic Engineering, Royal Melbourne Institute of Technology (Australia), 1995.
- [Benninghoven 87] A. Benninghoven, F. G. Rüdenauer and H. W. Werner (ed.) in *Secondary Ion Mass Spectrometry*, John Wiley and Sons, New York, 1987.
- [Caliendo93] C. Caliendo, G. Saggio, P. Verardi and E. Verona, *IEEE Ultrasonics Symp. Proc.* (1993), pp. 249-252.
- [Campbell98] C. K. Campbell, *Surface Acoustic Wave Devices for Mobile and Wireless Communications*, Academic Press, Londres, 1998.
- [Carlotti97] G. Carlotti, G. Gubbiotti, F. S. Hickernell, H. M. Liaw and G. Socino, *Thin Solid Films* **310** (1997), pp. 34-38.
- [Chalker99] P. R. Chalker, T. B. Joyce, C. Johnston, J. A. A. Crossley, J. Huddleston, M. D. Whitfield and R. B. Jackman, *Diamond and Related Materials* **8** (1999), pp. 309-313.
- [Chapman80] B. Chapman, *Glow Discharge Processes*, John Wiley and Sons, Nueva York, 1980.

[Cheng03a] H. Cheng, Y. Sun, J. X. Zhang, Y. B. Zhang, S. Yuan and P. Hing, *Journal of Crystal Growth* **254** (2003), pp. 46-54.

[Cheng03b] H. Cheng, Y. Sun and P. Hing, *Surf. Coat. Tech.* **166** (2003), pp. 231-236.

[Chu78] W. K. Chu, J. W. Mayer and M. A. Nicolet, *Backscattering Spectrometry*, Academic Press, Inc., Nueva York, 1978.

[Collins67] A. T. Collins, E. C. Lightowers and P. J. Dean, *Phys. Rev.* **158** (1967), pp. 833-838.

[Cullity65] B. D. Cullity, *Elements of X-ray diffraction*, Editorial Pueblo y Educación, La Habana, 1965.

[Davydov98] V. Y. Davydov, Y. E. Kitaev, I. N. Goncharuk, A. N. Smirnov, J. Graul, O. Semchinova, D. Uffmann, M. B. Smirnov, A. P. Mirgorodsky and R. A. Evarestov, *Phys. Rev. B* **58** (1998), pp. 12899-12907.

[De Keijser82] T. H. De Keijser, J. I. Langford, E. J. Mittemeijer and A. B. P. Vogels, *J. Appl. Cryst.* **15** (1982), pp. 308-314.

[De Keijser83] T. H. De Keijser, E. J. Mittemeijer and H. C. F. Rozendaal, *J. Appl. Cryst.* **16** (1983), pp. 309-316.

[Den Otter02] M. W. den Otter, *Sensors and Actuators A* **96** (2002), pp. 140-144.

[Didenko00] I. S. Didenko, F. S. Hickernell and N. F. Naumenko, *IEEE Trans. Ultrason., Ferroelect., and Freq. Cont.* **47** (2000), pp. 179-187.

[Dixit01] S. J. Dixit, A. K. Raj, R. S. Bhattacharya, S. Guha and T. Wittberg, *Thin Solid Films* **398-399** (2001), pp. 17-23.

[Drafts01] B. Drafts, *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques* **49** (2001), pp. 795-802.

[Drüsedau00] T. P. Drüsedau and J. Bläsing, *Thin Solid Films* **377-378** (2000), pp. 27-31.

[Dubois99a] M. A. Dubois and P. Mural, *Appl. Phys. Lett.* **74** (1999), pp. 3032-3034.

-
- [Dubois99b]** M. A. Dubois, *Aluminium nitride and lead zirconate-titanate thin films for ultrasonic applications: Integration, properties and devices*, Tesis doctoral, Département des Matériaux, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (Suiza), 1999.
- [Dubois01]** M. A. Dubois and P. Muralt, *J. Appl. Phys.* **89** (2001), pp. 6389-6395.
- [Dumitru00]** V. Dumitru, C. Morosanu, V. Sandu and A. Stoica, *Thin Solid Films* **359** (2000), pp. 17-20.
- [Einspruch84]** N. G. Einspruch and D. M. Brown (ed.), *VLSI Electronics Microstructure Science – Volume 8: Plasma Processing for VLSI*, Academic Press, Inc., Londres, 1984.
- [Elmazria02]** O. Elmazria, V. Mortet, M. E. Hakiki, M. B. Assouar, M. Nesladek and P. Alnot, *IEEE Ultrason. Symp. Proc.* **1** (2002), pp. 139-142.
- [Enderlein97]** J. Enderlein, S. Bechtein, J. Schönberg, E. Chilla and H. J. Fröhlich, *Sensors and Actuators A* **61** (1997), pp. 309-312.
- [Engelmark00]** F. Engelmark, G. Fuentes, I. V. Katardjiev, A. Harsta, U. Smith and S. Berg, *J. Vac. Sci. Technol. A* **18** (2000), pp. 1609-1612.
- [Engelmark01]** F. Engelmark, G. F. Iriarte, I. V. Katardjiev, M. Ottosson, P. Muralt and S. Berg, *Vac. Sci. Technol. A* **19 (5)** (2001), pp. 2664-2669.
- [Este86]** G. Este, R. Surridge and W. D. Westwood, *J. Vac. Sci. Technol. A*, **4** (1986), pp. 989-992.
- [Este87]** G. Este and W. D. Westwood, *J. Vac. Sci. Technol. A* **5** (1987), pp. 1892-1897.
- [Feng01]** Z. C. Feng, T. R. Yang and Y. T. Hou, *Materials Science in Semiconductor Processing* **4** (2001), pp. 571-576.
- [Ferrero89]** J. R. Ferrero and K. Krishnan, *Practical Fourier Transform Infrared Spectroscopy. Industrial and Laboratory Chemical Analysis*, Academic Press, San Diego, 1989.
- [Flannery02]** C. M. Flannery and H. von Kiedrowski, *Ultrasonics* **40** (2002), pp. 83-87.

[Fujiki00] M. Fujiki, M. Takahashi, S. Kikkawa and F. Kanamaru, *J. Mater. Sci. Lett.* **19** (2000), pp. 1625-1627.

[Gadenne98] M. Gadenne, J. Plon and P. Gadenne, *Thin Solid Films* **333** (1998), pp. 251-255.

[García López00] J. García López, F. J. Ager, M. Barbadillo Rank, F. J. Madrigal, M. A. Ontalba, M. A. Respaldiza and M. D. Ynsa, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **161-163** (2000), pp. 1137-1142.

[Guy99] I. L. Guy, S. Muensit and E. M. Goldys, *Appl. Phys. Lett.* **75** (1999), pp. 4133-4135.

[Harima02] H. Harima, *J. Phys.: Condens. Matter* **14** (2002), pp. R967-R993.

[Harris90] J. H. Harris, R. A. Youngman and R. G. Teller, *J. Mater. Res.* **5** (1990), pp. 1763-1773.

[Hashimoto00] K. Hashimoto, *Surface Acoustic Wave Devices in Telecommunications – Modelling and Simulation*, Springer-Verlag, Berlín, 2000.

[Hernández98] M. J. Hernández Muñoz, *Estudio de películas aislantes de silicio, oxígeno y nitrógeno depositadas por plasma ECR-CVD*, Tesis doctoral, Dpto. de Física Aplicada, Universidad Autónoma de Madrid, 1998.

[Hickernell02] F. S. Hickernell, *IEEE Ultrason. Symp. Proc.* **1** (2002), pp. 231-234.

[Hobert99] H. Hobert, H. H. Dunken, J. Meinschien and H. Stafast, *Vibrational Spectroscopy* **19** (1999), pp. 205-211.

[Holtz00] M. Holtz, S. Zollner, T. Prokofyeva, M. Seon, J. Vanbuskirk, K. Copeland, A. Konkar, S.A. Nikishin, N.N. Faleev and H. Temkin, *IEEE International Symposium on Compound Semiconductors* (2000), pp. 251-256.

[Hong02] S. U. Hong, M. C. Paek, G. P. Han, Y. J. Sohn, T. Y. Kim, K. I. Cho, K. H. Shim and S. G. Yoon, *Jpn. J. Appl. Phys.* **41** (2002), pp. 5507-5512.

[Hou00] Y. T. Hou, Z. C. Feng, J. Chen, X. Zhang, S. J. Chua and J. Y. Lin, *Solid State Communications* **115** (2000), pp. 45-49.

-
- [Huang96]** L. Huang, X. D. Wang, K. W. Hipps, U. Mazur, R. Heffron and J. T. Dickinson, *Thin Solid Films* **279** (1996), pp. 43-48.
- [Ieki99]** H. Ieki and M. Kadota, *IEEE Ultrasonics Symposium Proc.* **1** (1999), pp 281-289.
- [Ikeda96]** T. Ikeda, *Fundamentals of Piezoelectricity*, Oxford University Press, Nueva York, 1996.
- [Iriarte03]** G. F. Iriarte, *AIN Thin Film Electroacoustic Devices*, Acta Universitatis Upsaliensis, Uppsala Universitet, 2003.
- [Ishihara98]** M. Ishihara, S. J. Li, H. Yumoto, K. Akashi and Y. Ide, *Thin Solid Films* **316** (1998), pp. 152-157.
- [Jagannadham98]** K. Jagannadham, A. K. Sharma, Q. Wei, R. Kalyanraman and J. Narayan, *J. Vac. Sci. Technol. A* **16** (1998), pp. 2804-2815.
- [Jakkaraju03]** R. Jakkaraju, G. Henn, C. Shearer, M. Harris, N. Rimmer and P. Rich, *Microelectronic Engineering* **70** (2003), pp. 566-570.
- [Jakoby00]** B. Jakoby, J. Bastemeijer and M. J. Vellekoop, *Sensors and Actuators* **82** (2000), pp. 83-88.
- [Järrendahl98]** K. Järrendahl, S. A. Smith, T. Zheleva, R. S. Kern and R. F. Davis, *Vacuum* **49** (1998), pp. 189-191.
- [JCPDS-ICDD94]** Ficha JCPDS 25-1137 del ICDD (International Centre for Diffraction Data), 1994.
- [Kalantar-Zadeh02a]** K. Kalantar-Zadeh, W. Wlodarski, K. Galatis and A. Holland, *IEEE Intl. Symp. And PDA Exhibition on Freq. Control* (2002), pp. 74-77.
- [Kalantar-Zadeh02b]** K. Kalantar-Zadeh, W. Wlodarski, A. Trinchì, A. Holland and K. Galatsis, *IEEE Intl. Symp. And PDA Exhibition on Freq. Control* (2002), pp. 268-272.
- [Kao99]** H. L. Kao, P. J. Shih and C. H. Lai, *Jpn. J. Appl. Phys.* **38** (1999), pp.1526-1529.

[Kao01] K. S. Kao, C. C. Cheng and Y. C. Chen, *Jpn. J. Appl. Phys.* **40** (2001), pp. 4969-4973.

[Kao02] K. S. Kao, C. C. Cheng and Y. C. Chen, *IEEE Trans. Ultrason. Ferr. Freq. Contr.* **49** (2002), pp. 345-349.

[Kaya97] K. Kaya, H. Takashashi, Y. Shibata, Y. Kanno and T. Hirai, *Jpn. J. Appl. Phys.* **36** (1997), pp. 307-312.

[Kino87] G. S. Kino, *Acoustic waves: devices, imaging, and analog signal processing*, Prentice-Hall, Inc., New Jersey, 1987.

[Kipshidze99] D. G. Kipshidze, H. P. Schenk, A. Fissel, U. Kaiser, J. Schulze, W. Richter, M. Weihnacht, R. Kunze and J. Kräusslich, *Semiconductors* **33** (1999), pp. 1241-1246.

[Kumar95] S. Kumar and T. L. Tansley, *Jpn. J. Appl. Phys.* **34** (1995), pp. 4154-4158.

[Kusaka00] K. Kusaka, D. Taniguchi, T. Hanabusa and K. Tominaga, *Vacuum* **59** (2000), pp. 806-813.

[Lee97] H. C. Lee and J. Y. Lee, *J. Mater. Sci. Mater. Electron* **8** (1997), pp. 385-390.

[Lee03] S. H. Lee, K. H. Yoon, D. S. Cheong and J. K. Lee, *Thin Solid Films* **435** (2003), pp. 193-198.

[Lee04] J. B. Lee, J. P. Jung, M. H. Lee and J. S. Park, *Thin Solid Films* **447-448** (2004), pp. 610-614.

[Liaw93] H. M. Liaw, W. Cronin and F. S. Hickernell, *IEEE Ultrasonics Symposium Proc.* **1** (1993), pp 267-271.

[Liaw95] H. M. Liaw and F. S. Hickernell, *IEEE Trans. Ultrason. Ferr. Freq. Contr.* **42** (1995), pp. 404-409.

[Lin03] Y. R. Lin and S. T. Wu, *Journal of Crystal Growth* **252** (2003), pp. 433-439.

[Link99] A. Link, K. Bitzer, R. Sauer, C. Kirchner, V. Schwegler, M. Kamp, D. G. Ebling and K. W. Benz, *J. Appl. Phys.* **86** (1999), pp. 6256-6260.

-
- [Liu75] J. K. Liu, K. M. Lakin and K. L. Wang, *J. Appl. Phys.* **46** (1975), pp. 3703-3706.
- [Liu05] W. J. Liu, S. J. Wu, C. M. Chen, Y. C. Lai and C. H. Chuang, *Journal of Crystal Growth* **276** (2005), pp. 525-533.
- [Loebl03] H. P. Loebl, M. Klee, C. Metzmacher, W. Brand, R. Milsom and P. Lok, *Mater. Chem. Phys.* **79** (2003), pp. 143-146.
- [Lousa97] A. Lousa and S. Gimeno, *J. Vac. Sci. Technol. A* **15**, (1997), pp. 62-65.
- [Luo02] M. C. Luo, X. L. Wang, J. M. Li, H. X. Liu, L. Wang, D. Z. Sun, Y. P. Zeng and L. Y. Lin, *J. Cryst. Growth* **244** (2002), pp. 229-235.
- [Mändl04] S. Mändl, D. Manova and B. Rauschenbach, *Surface & Coatings Technology* **186** (2004), pp. 82-87.
- [Martin04] F. Martin, M. I. Newton, G. McHale, K. A. Melzak and E. Gizeli, *Biosensors and Bioelectronics* **19** (2004), pp. 627-632.
- [Mata99] N. H. Mata, *Filtros de onda acústica superficial – Parte I: Conceptos teóricos*, Facultad Regional Bahía Blanca, Departamento de Electrónica, Universidad Tecnológica Nacional, Argentina, 1999.
- [Mishin03] S. Mishin, D. R. Marx, B. Sylvia, V. Lughi, K. L. Turner and D. R. Clarke, *IEEE Ultrasonics Symp. Proc.* (2003), pp. 28-32.
- [Morgan85] D. P. Morgan, *Surface-Wave Devices for Signal Processing*, Elsevier Science Publishers B. V., Amsterdam, 1985.
- [Mortet02] V. Mortet, M. Nesladek, J. D’Haen, G. Vanhoyland, O. Elmazria, M. B. Assouar, P. Alnot and M. D’Olieslaeger, *Phys. Stat. Sol. (a)* **193** (2002), pp. 482-488.
- [Mortet04] V. Mortet, M. Nesladek, K. Haenen, A. Morel, M. D’Olieslaeger and M. Vanecek, *Diamond and Related Materials* **13** (2004), pp. 1120-1124.
- [Motorola93] Motorola, Inc., *RF Small Signal Design Using Two-Port Parameters*, Semiconductor Application Note AN215A, 1993.
- [Naik99] R. S. Naik, R. Reif, J. J. Lutsky and C. G. Sodini, *Journal of the Electrochemical Society* **146** (2) (1999), pp. 691-696.

- [Nam01]** C. W. Nam and K. C. Lee, *Russian-Korean Intl. Symp. Sci. Technol. Proc.* **1** (2001), pp. 206-209.
- [Ng05]** S. S. Ng, Z. Hassan, M. R. Hashim and M. E. Kordesch, *Materials Chemistry and Physics* **91** (2005), pp. 404-408.
- [Nye67]** J. F. Nye, *Physical Properties of Crystals. Their Representation by Tensors and Matrices*, Oxford University Press, Oxford, 1967.
- [Ogawa97]** T. Ogawa, M. Okamoto, Y. Y. Khin, Y. Mori, A. Hatta, T. Ito, T. Sasaki and A. Hiraki, *Diamond and Related Materials* **6** (1997), pp. 1015-1018.
- [Okano92]** H. Okano, Y. Takahashi, T. Tanaka, K. Shibata and S. Nakano, *Jpn. J. Appl. Phys.* **31** (1992), pp. 3446-3451.
- [Paduano04]** Q. S. Paduano, D. W. Weyburne, J. Jasinski and Z. Liliental-Weber, *Journal of Cryst. Growth* **261** (2004), pp. 259-265.
- [Palacios02]** T. Palacios, F. Calle, E. Monroy, J. Grajal, M. Eickhoff, O. Ambacher and C. Prieto, *Mat. Sci. Eng.* **B93** (2002), pp. 154-158.
- [Parzen83]** B. Parzen, *Design of Crystal and Other Harmonic Oscillators*, John Wiley and Sons, Inc., Nueva York, 1983.
- [Pastrňák69]** J. Pastrňák and B. Hejda, *phys. stat. sol.* **35** (1969), pp. 941-952.
- [Penza95]** M. Penza, M. F. de Riccardis, L. Mirengi, M. A. Tagliente and E. Verona, *Thin Solid Films* **259** (1995), pp. 154-162.
- [Perkowitz93]** S. Perkowitz, *Optical Characterization of Semiconductors: Infrared, Raman and Photoluminescence Spectroscopy*, Academic Press, Londres, 1993.
- [Prokofyeva01]** T. Prokofyeva, M. Seon, J. Vanbuskirk, M. Holtz, S. A. Nikishin, N. N. Faleev, H. Temkin and S. Zollner, *Phys. Rev. B* **63** (2001), 125313.
- [Randriamora97]** F. Randriamora, J. C. Bruyère and A. Deneuve, *Mat. Sci. Eng.* **B50** (1997), pp. 272-276.
- [Rodríguez-Navarro97a]** A. Rodríguez-Navarro, W. Otaño-Rivera, J. M. García-Ruiz, R. Messier and L. J. Pilione, *J. Mater. Res.* **12** (1997), pp. 1689-1692.

-
- [Rodríguez-Navarro97b]** A. Rodríguez-Navarro, W. Otaño-Rivera, J. M. García-Ruiz, R. Messier and L. J. Pilione, *J. Mater. Res.* **12** (1997), pp. 1850-1855.
- [Rosenbaum88]** J. F. Rosenbaum, *Bulk Acoustic Wave Theory and Devices*, Artech House, Inc., Boston, 1988.
- [Ruffner99]** J. A. Ruffner, P. G. Clem, B. A. Tuttle, D. Dimos and D. M. Gonzales, *Thin Solid Films* **354** (1999), pp. 256-261.
- [Saxler94]** A. Saxler, P. Kung, C. J. Sun, E. Bigan and M. Razehgi, *Appl. Phys. Lett.* **64** (3) (1994), pp. 339-341.
- [Schreiter04]** M. Schreiter, R. Gabl, D. Pitzer, R. Primig and W. Wersing, *Journal of the European Ceramic Society* **24** (2004), pp. 1589-1592.
- [Schulte98]** J. Schulte and G. Sobe, *Thin Solid Films* **324** (1998), pp. 19-24.
- [Shibata00]** T. Shibata, Y. Hori, K. Asai, Y. Nakamura, M. Tanaka, K. Kaigawa, J. Shibata and H. Sakai, *IEEE Ultrasonics Symposium* (2000), pp. 287-292.
- [Six02]** S. Six and B. Rauschenbach, *Thin Solid Films* **415** (2002), pp. 285-289.
- [Soh96]** J. W. Soh, W. J. Lee, J. H. Park and S. W. Lee, *IEEE Ultrasonics Symposium* (1996), pp. 299-302.
- [Stoney09]** G. Stoney, *Proc. R. Soc. London, Ser. A* **82** (1909), p. 172-175.
- [Takagaki03]** Y. Takagaki, O. Brandt and K. H. Ploog, *Jpn. J. Appl. Phys.* **42** (2003), pp. 1594-1595.
- [Tanaka94]** N. Tanaka, H. Okano, T. Usuki and K. Shibata, *Jpn. J. Appl. Phys.* **33** (1994), pp. 5249-5254.
- [Tanaka00]** Y. Tanaka, Y. Hasebe, T. Inushima, A. Sandhu and S. Ohoya, *J. Cryst. Growth* **209** (2000), pp. 410-414.
- [Tang03]** I. T. Tang, H. J. Chen, M. P. Houngh and Y. H. Wang, *Solid-State Electronics* **47** (2003), pp. 2063-2066.

[Thiele03] J. A. Thiele and M. Pereira da Cunha, *Proceedings of IEEE Sensors 2* (2003), pp. 769-772.

[Tsubouchi81] K. Tsubouchi, K. Sugai and N. Mikoshiba, *IEEE Ultrason. Symp. Proc.* **1** (1981), pp. 375-380.

[Tsubouchi85] K. Tsubouchi and N. Mikoshiba, *IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics* **SU-32** (1985), pp. 634-644.

[Visser88] J. H. Visser and A. Venema, *IEEE Ultrason. Symp. Proc.* **1** (1988), pp. 297-301.

[Vossen78] J. L. Vossen and W. Kern (ed.), *Thin film processes*, Academic Press, Inc., Londres, 1978.

[Vurghaftman01] I. Vurghaftman, J. R. Meyer and L. R. Ram-Mohan, *J. Appl. Physics* **89** (2001), pp.5815-5875.

[Westwood77] W. D. Westwood and D. M. Mattox, *Vacuum Science and Technology Short Course* (1977).

[Wolf86] S. Wolf and R. N. Tauber, *Silicon Processing for the VLSI Era: Volume I-Process Technology*, Lattice Press, California, 1986.

[Wu01] S. Wu, L. Wu, Y. T. Shen and F. C. Chang, *Jpn. J. Appl. Phys.* **40** (2001), pp.794-797.

[Xu01] X. H. Xu, H. S. Wu, C. J. Zhang and Z. H. Jin, *Thin Solid Films* **388** (2001), pp. 62-67.

[Yang02] T. R. Yang, M. M. Dvoynenko, Y. F. Cheng and Z. C. Feng, *Physica B* **324** (2002), pp. 268-278.

[Yasui00] K. Yasui, S. Hochino and T. Akahane, *Appl. Surf. Sci.* **159-160** (2000), pp. 462-467.

[Zhang01a] W. J. Zhang, S. Matsumoto, K. Kurashima and Y. Bando, *Diamond and Related Materials* **10** (2001), pp. 1881-1885.

[Zhang01b] X. B. Zhang, T. Taliercio, S. Kolliakos and P. Lefebvre, *J. Phys.: Condens. Matter* **13** (2001), pp. 7053-7074.

[Zinck04] C. Zinck, *Technologie et Caractérisations de Films Minces Piézoélectriques pour la Réalisation de MEMS*, Tesis doctoral, Ecole doctorale Électronique, Electrotechnique et Automatique, Institut National des Sciences Appliquées, Lyon (Francia), 2004.

